

**CAPÍTULO I**  
**INTRODUCCIÓN**

## **1.1 Antecedentes**

### **Breve reseña histórica de colorantes naturales.**

En la antigüedad los colorantes naturales eran muy utilizados, como en las civilizaciones precolombinas, América Latina, y la de los antiguos egipcios, los cuales sentaron bases desde el uso en la tinción textil, alimentos y cosméticos. Mucho tiempo después sus propiedades se ampliaron a la tinción de productos farmacéuticos. (Castillo y Ramírez; 2006).

Las primeras fibras teñidas fueron usadas en tiempos prehistóricos alrededor del año 1000 a.C. Se reporta también hacia el año 1550 d.C. la utilidad en tribus de todo el mundo para colorear sus vestimentas. Hasta mediados del siglo XIX las plantas, animales y minerales fueron las únicas fuentes como agentes colorantes para teñir o pigmentar. Algunos colorantes como el índigo y la cochinilla han sido cultivados comercialmente a gran escala, utilizado como colorante textil. (Cano Lasso; 2015).

A mediados de 1800, aparecieron los sustitutos sintéticos de colorantes naturales y por el año 1914, ante esta situación, ha nacido una creciente preocupación por preservar la ecología en nuestro planeta, y los tintes naturales cobraron un renovado interés. Esto, porque al emplearse los tintes naturales, se está solucionando en gran parte el problema de la contaminación con efluentes tóxicos; los cuales provienen del proceso involucrado en el teñido de fibras textiles. (Gabriela Ponce y Deisy Gabriela Morales Jácome, 2011).

Se desarrollaron trabajos en tintes naturales de origen vegetal, mencionando algunos como en el año 2000 de Marco Donado, de la Facultad de Ingeniería USAC- Universidad de San Carlos de Guatemala, trabajó en la "Extracción de Carotenoides de la caléndula (*caléndula Officinalis L.*)", para su utilización como colorante natural en productos para consumo humano, por dos métodos de extracción a nivel de laboratorio, demostrando que sí es factible obtener carotenoides a partir de la flor de caléndula, usando como solvente acetona y éter etílico.

Marzo de 2004, Henry Estuardo de Guatemala, presentó su trabajo de tesis;

“Extracción a nivel de laboratorio, de los pigmentos colorantes del tipo flavonoides contenidos en la flor del Subín (*Acacia farnesiana* L. Willd) proveniente de un bosque silvestre guatemalteco”, en donde se estudió el rendimiento promedio de extracto de flavonoides en relación a la cantidad de materia prima utilizando tres solventes y empleando el método Soxhelt, determinando mediante pruebas colorimétricas, cromatográficas y espectrofotométricas, que sí existe presencia de colorantes flavonoides.

En 2006, Campero, de la Universidad Autónoma Juan Misael Saracho en la Carrera de Ingeniería Química, obtuvo a escala laboratorio el colorante natural del carmín a partir de la Cochinilla, por el Método Carre Modificado en calidad de Tesis, es una sal alumínica del ácido carmínico.

En 2008 se tiene a Augusto Domínguez, de la Universidad de San Carlos de Guatemala, que trabajó en la “Extracción de colorantes del tipo Xantófilas, contenidos en la flor *Tagetes erecta* (Marigold)”, una planta ampliamente conocida por su alto contenido de colorantes del tipo carotenoides, utilizando los métodos de saponificación en frío y saponificación en caliente para determinación de Xantofilas, demostrando que mediante el método de saponificación en frío se obtienen resultados más altos, que el método de saponificación en caliente.

### **Antecedentes sobre la obtención de colorante natural (semilla de palta)**

En lo que se refiere en antecedentes relacionados con la temática de colorantes naturales de la semilla de palta, se han realizado los siguientes trabajos de investigación:

Entre los años 2000 y 2005 se realizaron avances importantes en el proceso de obtención de colorante natural a partir de la semilla de palta de forma industrial en Medellín Colombia y México. (REVISTA Universitaria EAFIT; Devia y Saldarriaga; 2005).

Equipos de Investigación de la Universidad de San Carlos de Guatemala, dirigida por la Ingeniera Telma Mariela Cano Morales, evaluaron la capacidad tintórea de los

tintes naturales obtenidos de los desechos agroindustriales de la palta en el proceso de tinción de fibras naturales utilizadas en la elaboración de artesanías.

Entre los años 2010 y 2011 en la ciudad de Ambato – Ecuador, Facultad de Ingeniería en Alimentos, se realizó; “Extracción y evaluación de un colorante natural a partir de la pepa de palta para el teñido de las fibras de algodón y poliéster”; en resumen, de la parte experimental el mejor rendimiento del colorante natural obtenido fue utilizando como solvente hidróxido de sodio con un rendimiento de 40 %, mientras que con el etanol fue el rendimiento de 24 %. En la aplicación de tinción, obtuvo mejores resultados con el algodón que con el poliéster.

Para 2012 Gaviria y Mejía de la Escuela de Ingeniería de Antioquia, de la Facultad de Ingeniería, realizaron una evaluación de la extracción de colorante natural de la semilla del aguacate como negocio para la región antioqueña. En el mismo año, Isabel García de la Universidad de San Carlos de Guatemala, Facultad de Ingeniería Química, presentó trabajo de graduación referido a la extracción y caracterización fisicoquímica de la fracción colorante de la semilla del aguacate a nivel laboratorio.

Y en el año 2016 Néstor Dueñas realizó el trabajo de grado presentado para optar el título de Ingeniero Agroindustrial acerca de; “obtención de colorante natural de la semilla de palta en 2 variedades (Lorena y hass), como alternativa para la agroindustria”. Donde el valor más alto de rendimiento del colorante fue utilizar el etanol al 99,9 %, en la variedad Hass con 34,5 %, mientras que el rendimiento más bajo fue para el tratamiento donde se utilizó como solvente éter de petróleo con la semilla de variedad Lorena con 18,7 %, evidenciando que el tipo de solvente y la variedad de la semilla influyen significativamente en el rendimiento del extracto.

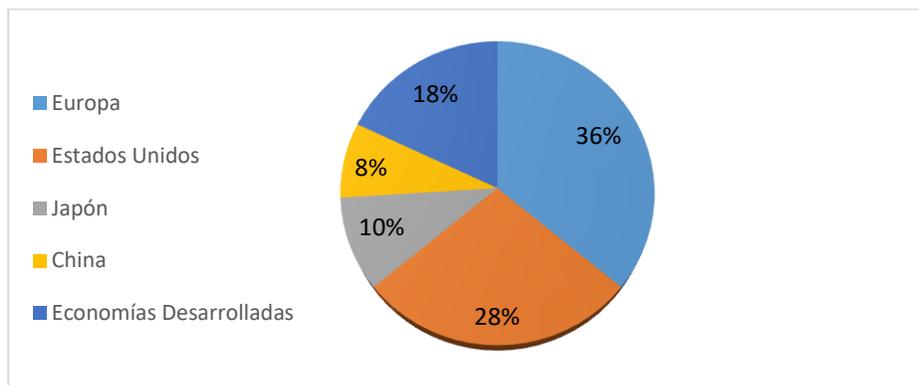
### **1.1.1 Mercado**

#### **1.1.1.1 Exportación de colorante natural en el mundo**

El mercado de colorantes natural está en crecimiento, ofreciendo oportunidades de exportación y progreso para los países en vía de desarrollo. Según el informe difundido por la LeatherFoodResearch, a mediados de la próxima década, el valor del

mercado mundial de este producto, tendrá un aumento del 10%, entre 2005 a 2009 creció alrededor del 67%. (Gaviria y Mejía; 2012).

**Gráfica 1-1 Países exportadores de colorante natural a nivel mundial**



Fuente: Chile Potencia Alimentaria, 2010; Elaboración propia, en base a investigación de trabajos relacionados a la producción de colorante natural

Europa y China, son los países de mayor exportación a nivel mundial, siendo el 36% y 28% respectivamente.

### **1.1.1.2 Exportación de colorante natural en Bolivia**

En Bolivia en lo que se refiere a exportaciones que corresponden a colorantes de origen vegetal o animal no existen, así también de la semilla de palta, según IBCE – Instituto Boliviano de Comercio Exterior; sin embargo, existe un estudio de colorante natural proveniente del urucú (achiote) en 2009 desarrollado por el mismo IBCE que evaluó la exportación de la semilla.

**Tabla I-1 Principales mercados de Bolivia para las semillas de achiote**

<b>Países Importadores</b>	<b>Valor (Miles de\$)</b>	<b>Volumen (Miles de Kg)</b>	<b>Crecimiento % (2003 – 2007)</b>
Ecuador	78.480	72.632	176
Perú	8.400	10.010	329
Argentina	2.760	13.815	-95

Fuente: INE – Instituto Nacional de Estadística, elaborado por IBCE; 2009

Como se puede apreciar en el cuadro anterior, los destinos de exportaciones de Bolivia para el año 2007 eran tres, de los cuales solo dos han tenido un crecimiento notable; sin embargo, Argentina se incrementó recién por el año 2008.

La exportación de Bolivia acerca de la cochinilla de origen animal, según IBCE, muestra el año 2007 a México como el único país destino de este producto, por un valor de 64.583 \$, equivalente a 4.739 Kilogramos.

### **1.1.1.3 Importación de colorante natural en el mundo**

En lo que se refiere a colorante de origen vegetal o animal, los principales países importadores se muestran en la tabla I-1.

**Tabla I-2 Principales mercados importadores de colorante natural**

<b>Países Importadores</b>	<b>Valor (Miles de \$)</b>	<b>Volumen (Miles de Tn)</b>	<b>Crecimiento % (2003-2007)</b>
Japón	84.683	4.450	11
Estados Unidos	75.388	6.178	9
Alemania	55.986	3.468	13
México	39.595	3.309	11
Francia	38.410	2.543	8
España	36.944	3.117	9
Reino Unido	34.753	4.644	11
Países Bajos	31.210	2.377	22

Fuente: Instituto Boliviano de Comercio Exterior-IBCE (marzo 2009).

Para este producto de origen vegetal o animal, Japón y Estados Unidos son los principales importadores, con una participación de 12% y 11% respectivamente, seguido de Alemania con el 8% de participación en las importaciones a nivel mundial. Reino Unido es el mayor importador en volumen de colorante de origen vegetal o animal (IBCE; 2009, marzo).

#### **1.1.1.4 Empresas y precios de colorantes naturales en Sud América.**

Empresas comercializadoras de colorantes naturales para alimentos en el área de sud américa respecto a precio y cantidad.

**Tabla I-3. Empresas comercializadoras de colorantes naturales**

<b>Empresas Sudamericanas</b>	<b>Cantidad-Polvo (g.)</b>	<b>Precio (\$)</b>	<b>Cantidad-Líquido</b>	<b>Precio (\$)</b>	
		<b>Rojo</b>		<b>Rojo</b>	<b>Naranja</b>

Andicol	1.000	25.000			
Astek S.A.	1.000	26.000	1 L	2.625	
Colsabor S.A.S.	25	600	1 L	2.800	12.000
Concentrados la delicia S.A.S.	500	11.000			
	1.000	44.000			
Productos el arriero Cía-Ltda	250	11.000			
	500	21.000			
Totalquímicos SM Ltda	1.000	38.000			
	500	19.000			
	25	1.500			

Fuente: Gaviria y Mejía (2012).

La tendencia mundial del consumo hacia lo natural y orgánico, empresas, grupos de investigadores y los mismos gobiernos, esforzados en el desarrollo de nuevos aditivos naturales que, de acuerdo con la diversidad de cada zona, se pueden extraer de frutos, hojas, tallos y flores. Todo con el fin de innovar para reducir el impacto ambiental y los daños en la salud humana que se presentan debido a la cantidad de químicos contenidos en los productos. La cadena agroindustrial de este fruto, sea fuertemente beneficiada con un proyecto que signifique un desarrollo y plantee la posibilidad de ingresar al mercado con un ingrediente que es ambientalmente amigable, creando oportunidades de llevar a cabo proyectos, productos y asesorías a un sector con total carencia en entidades que entreguen valor agregado.

### **1.1.2 Producción**

Bolivia actualmente no cuenta con industrias que se dediquen a la producción de colorante natural a partir de la semilla de palta, motivo por el cual se muestra los países que generan producción, importación, exportación y ganancias que se obtiene de otros derivados de colorantes naturales, como se menciona en la gráfica 1-1, tabla I-1, tabla I-2 y tabla I-3.

### 1.1.2.1 Disponibilidad (Nacional y Regional) de fruta de palta

En Bolivia se tiene los siguientes datos de producción, rendimiento y superficie cultivada.

**Tabla I-4. Bolivia, Producción, Rendimiento y Superficie cultivada**

DESCRIPCIÓN	2010	2011	2012	2013	2014	2015	2016
Producción (En toneladas métricas)	10.617	10.462	10.866	11.399	11.873	12.032	12.497
Rendimiento (En kilogramos por hectárea)	4.839	4.697	4.851	4.992	5.197	5.266	5.449
Superficie Cultivada (En hectáreas)	2.194	2.227	2.240	2.283	2.285	2.285	2.293

Fuente: Censo Nacional Agropecuario 2016 e Instituto Nacional de Estadística INE

La tabla muestra resultados entre 2010-2016 de fuentes como INE y Encuestas Nacional Agropecuaria, donde determinaron un aumento considerable, respecto a tres factores de importancia como la producción, rendimiento y superficie cultiva de la fruta de palta en Bolivia.

En Tarija se tiene los siguientes datos de producción, rendimiento y superficie cultivada.

**Tabla I-5. Tarija, Producción, Rendimiento y Superficie cultivada**

DESCRIPCIÓN	2010	2011	2012	2013	2014	2015	2016
Producción (En toneladas métricas)	71,00	76,00	77,00	75,00	76,00	73,00	75,00
Rendimiento (En kilogramos por	35,00	37,00	38,00	38,00	37,00	35,00	35,00

hectárea)							
Superficie Cultivada (En hectáreas)	2,03	2,05	2,02	1,97	2,05	2,08	2,14

Fuente: Censo Nacional Agropecuario 2016 e Instituto Nacional de Estadística INE

En la tabla muestra crecimiento en la producción y superficie cultiva de la fruta de palta en Tarija.

**Tabla I-6. Número de Árboles Frutales dispersos por Departamento**

<b>DEPARTAMENTO</b>	<b>Mandarina v.n.e.</b>	<b>Plátano (Postre)</b>	<b>Palta v.n.e.</b>	<b>Limón</b>	<b>Manzana</b>
<b>CHUQUISACA</b>	43.304	10.461	<b>26.219</b>	23.976	92.294
<b>LA PAZ</b>	439.930	149.863	<b>146.615</b>	32.265	23.770

<b>COCHABAMBA</b>	181.751	179.270	<b>160.054</b>	43.106	82.114
<b>ORURO</b>	1	-	-	-	5.504
<b>POTOSÍ</b>	2.156	268	<b>1.636</b>	6.682	46.898
<b>TARIJA</b>	31.876	784	<b>10.392</b>	12.827	25.740
<b>SANTA CRUZ</b>	350.330	118.275	<b>47.049</b>	112.720	13.619
<b>BENI</b>	62.871	5.750	<b>26.775</b>	48.557	439
<b>PANDO</b>	29.946	4.099	<b>14.114</b>	19.125	11
<b>BOLIVIA</b>	1.142.165	468.770	<b>432.854</b>	299.258	290.389

Fuente: Instituto Nacional de Estadística v.n.e.: Variedad no especificada

Según Especie y Censo Agropecuario 2013 en Bolivia, hay 432.854 unidades de árboles frutales dispersos. El departamento de Cochabamba registra el mayor reporte de UPA (unidades de producción agropecuaria) con 160.054 árboles, le siguen La Paz y Santa Cruz, con 146.615 y 47.049 árboles respectivamente.

En tabla anterior muestra también a Tarija con 10.392 de árboles registrados, con la finalidad de reflejar la presencia del fruto en su hazienda del departamento.

**Figura 1-1 Árboles silvestres de palta variedad hass provincia de Yacuiba**



Fuente: Elaboración propia

La palta tiene una voluminosa semilla de la cual, desde tiempos inmemoriales, se obtiene un colorante que se emplea, de manera rudimentaria, para teñir fibras textiles de poliamida y de algodón, usando mordientes vegetales. La semilla de palta contiene flavonoides y taninos condensados, que son formas poliméricas. (Cano y Octavio Dueñas, 2016).

### **1.2 Justificación e importancia del proyecto.**

Los colorantes naturales han desarrollado interés en diferentes partes del mundo; debido a su aplicación no solo es en la industria alimenticia, sino también en la industria farmacéutica, cosmética y textil. Por lo que la producción de colorantes naturales puede desarrollar un amplio campo de mercado y generar nuevos ingresos mediante técnicas económicas que permitan un buen rendimiento.

En las industrias de la palta se generan residuos, como la cáscara y semilla, durante el tratamiento o despulpado de la palta para su posterior procesado. Estos desechos

pueden ser utilizados y aprovechados para dar un valor agregado y optimizar la producción mediante el desarrollo de técnicas de recuperación de flavonoides (colorante natural) de la semilla de palta, agregando un *plus* a la producción de colorantes naturales, ya que estudios realizados demuestran que el grupo flavonoides en la palta se encuentra en mayor proporción.

El aprovechamiento de los residuos agroindustriales permitiría un mejor manejo de los residuos más allá de un enfoque de reciclaje para la generación de nuevos productos, ya que en la mayoría de las industrias de la palta estos residuos son utilizados como mejoradores de suelos, alimento para animales o es enviado a rellenos sanitarios.

Existe un mercado real de consumo de colorantes naturales en el país, que es abastecido en un ciento por ciento con producto importado, ya que no existe, al presente, producción nacional.

Los datos, información de abastecimiento de palta en el departamento de Tarija se muestra en la tabla I-5, donde se determina el índice de crecimiento por año acerca de la producción, rendimiento y superficie cultivada.

La totalidad de la producción de palta en la región tarijeña se consume como fruta fresca, motivo por el que en determinados periodos los precios alcanzan valores tan bajos que la ganancia llega a ser mínima para los productores; sin embargo, el aprovechamiento es poco. Por este motivo se dará un valor agregado al residuo desechado en las viviendas e industrias derivadas de la palta.

Los productores de la región tarijeña (que enfrenta una grave crisis económico – financiera) no diversifica su producción aprovechando los residuos de palta para establecer y mejorar la cadena agroindustrial.

En los próximos años habrá una reducción considerable del uso de los colorantes sintéticos, debido a que algunos de ellos presentan efectos nocivos para la salud; en su reemplazo, aparece un notable interés por el uso de los colorantes naturales, que hasta ahora no requieren certificación alguna para su empleo.

### **1.3 Objetivo**

Los objetivos planteados para este proyecto son:

#### **1.3.1 Objetivo General**

- Extraer el Colorante Natural de la Semilla de Palta (variedad Hass) producida en el municipio de Yacuiba del departamento de Tarija.

#### **1.3.2 Objetivos Específicos**

- Caracterizar las propiedades fisicoquímicas de la materia prima: semilla de palta (variedad Hass).
- Seleccionar y diseñar el proceso tecnológico de extracción experimental de colorante natural de la semilla de palta (variedad Hass).
- Seleccionar los solventes adecuados para la extracción experimental del colorante natural de la semilla de palta (variedad Hass).
- Diseñar la fase experimental para el proceso de extracción del colorante natural de la semilla de palta (variedad Hass).
- Caracterizar las propiedades fisicoquímicas y calidad del producto obtenido: colorante natural de la semilla de palta (variedad Hass).
- Presentar, analizar y valorar los resultados del proceso de obtención del colorante natural de la semilla de palta (variedad Hass).

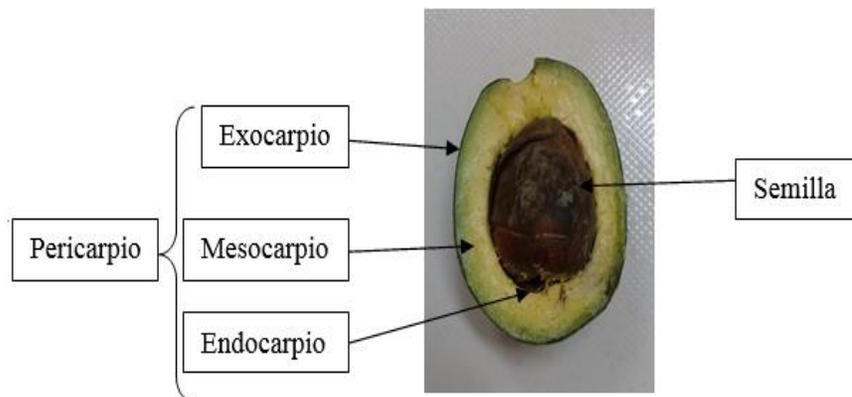
**CAPÍTULO II**  
**MARCO TEÓRICO**

## 2.1 Marco Teórico

### 2.1.1 Generalidades de la Palta.

La palta, *Persea americana* Miller, de variedad hass, es una fruta de muchas propiedades, alto valor nutricional y exquisito sabor. Un árbol frutal cultivado desde tiempo precolombino y su fruto puede clasificarse en tres clases: guatemalteca, antillana y mexicana. Es una baya con mesocarpio y endocarpio carnosos que contiene una sola semilla, la cual puede representar alrededor de 15% del peso en relación al fruto.

**Figura 2-1 Partes del fruto de palta**



Fuente: Elaboración Propia

La parte exterior del fruto posee tres capas:

- **Exocarpio:** comprende la cáscara
- **Mesocarpio pulposo:** parte comestible de la fruta
- **Endocarpio:** capa interna delgada junto a la cubierta de la semilla

La palta es apreciada principalmente por la gran cantidad de grasas saludables monoinsaturadas y poliinsaturadas (ácidos grasos omega 3), que contiene su pulpa; el contenido de ella puede variar entre 6% y 30% de acuerdo al cultivo. El contenido de proteínas de la pulpa también es significativo. Además, la pulpa contiene ciertas vitaminas liposolubles poco frecuentes en otros frutos; es bastante rica en vitaminas A y B, pobre en vitamina C y medianamente rica en vitaminas en D y E.

La palta tiene un alto valor nutricional, son consideradas como las especies frutales más importantes en América Latina y Bolivia en específico. Es una especie frutal altamente rentable en los valles de La Paz, Cochabamba, Santa Cruz y Tarija.

#### 2.1.1.1 Clasificación Taxonómica

La palta (*Persea americana* Millar) es un fruto nativo de América, pertenece a la familia de las Lauráceas. El árbol se originó en México, Centroamérica hasta Colombia, Venezuela, Ecuador y Perú.

El nombre de la palta se deriva de la palabra nativa "aoacatl" o "ahuacatl" y recibe otros nombres como avocado en la lengua inglesa, avocatier en francés y abacate en portugués. Algunas características taxonómicas de la palta variedad hass son:

**Cuadro II-1 Características de la palta**

<b>Género</b>	<b><i>Persea americana</i> Miller, <i>Persea gratissima</i>.</b>
Nombre común	Palta, aguacate, avocado.
Origen	México.
Sub reino	Talofitas.
División	Fanerógamas.
Sud división	Angiospermas.
Clase	Dicotiledíneas.
Sub clase	Archiclamideas.
Orden	Ranales.
Sub orden	Magnolíneas.
Familia	Lauráceas.
Género	<i>Persea</i> .

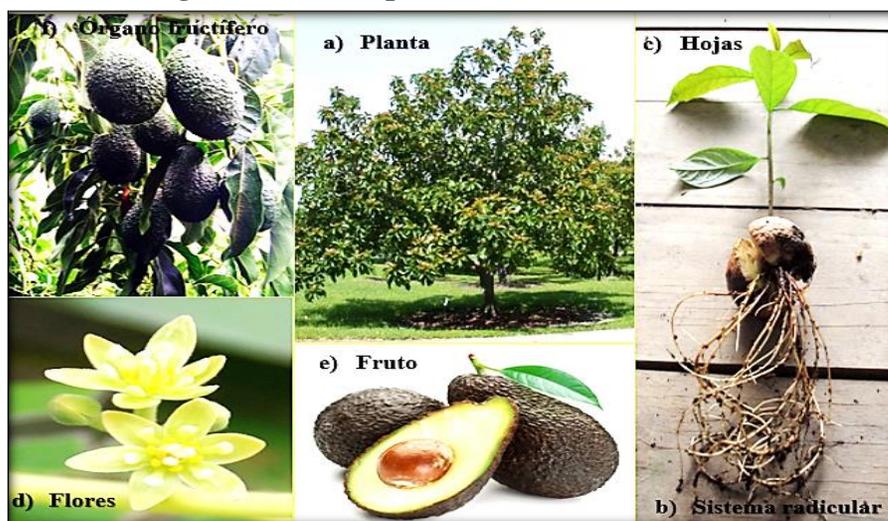
Fuente: Delgado, Días, Espinoza, Mendoza, Juárez (2013).

La forma del fruto es variable según los cultivos, puede ser aplanada, esférica, ovoide y por lo general, asimétrica. Según la variedad, presenta un color externo desde verde y morado hasta casi negro, con una superficie lisa y brillante, hasta corrugada y opaca con peso entre 50 g y 2,5 Kg. (Delgado, Días, Espinoza, Mendoza; 2013).

### 2.1.1.2 Descripción y características botánicas.

- **Planta:** Árbol extremadamente vigoroso (tronco potente con ramificaciones vigorosas), pudiendo alcanzar hasta 30 m de altura.
- **Sistema radicular:** Bastante superficial.
- **Hojas:** Árbol perennifolio. Hojas alternas, pedunculadas, muy brillantes.
- **Flores:** Flores perfectas en racimos sub terminales; sin embargo, cada flor abre en dos momentos distintos y separados, lo que evita la autofecundación. Por esta razón, las variedades se clasifican con base en el comportamiento de la inflorescencia en dos tipos A y B.
- **Fruto:** Baya unisemillada, oval, de superficie lisa o rugosa. El envero se produce en algunas variedades y la maduración del fruto no tiene lugar hasta que éste se separa del árbol.
- **Órganos fructíferos:** Ramos mixtos, chifonas y ramilletes de mayo. El de mayor importancia es el ramo mixto. (Delgado, Días, Espinoza, Mendoza, Juárez; 2013).

Figura 2-2 Descripción Botánica (Variedad Hass)



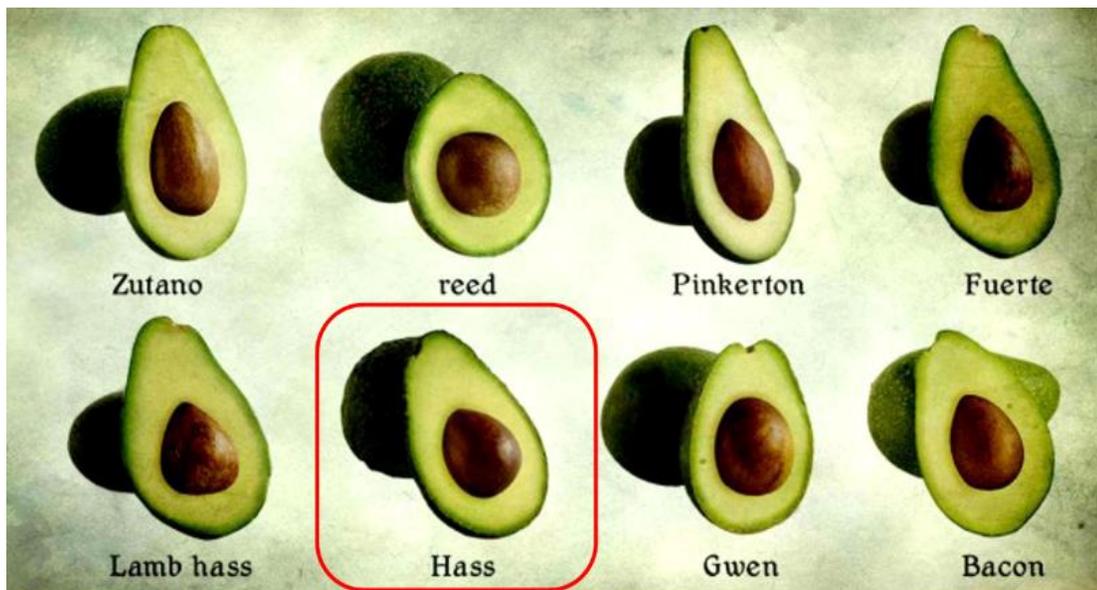
Fuente: Elaboración propia; base de datos bibliográficos

En la figura 2-2 anterior, se muestra las características botánicas de la palta de variedad hass, siendo a) Planta, b) Sistema radicular, c) Hojas, d) Flores, e) Fruto y f) Órgano fructífero.

### 2.1.1.3 Principales Variedades

- Variedad Hass
- Variedad Fuerte
- Variedad Pinkerton
- Variedad Bacon
- Variedad Esther
- Variedad Negra de la Cruz
- Variedad Gwen
- Variedad Mexicola
- Variedad Reed
- Variedad Zutano

**Figura 2-3 Principales variedades en el mundo**



Fuente: Elaboración propia; base de datos bibliográficos

La materia prima de estudio es perteneciente a la Variedad Hass.

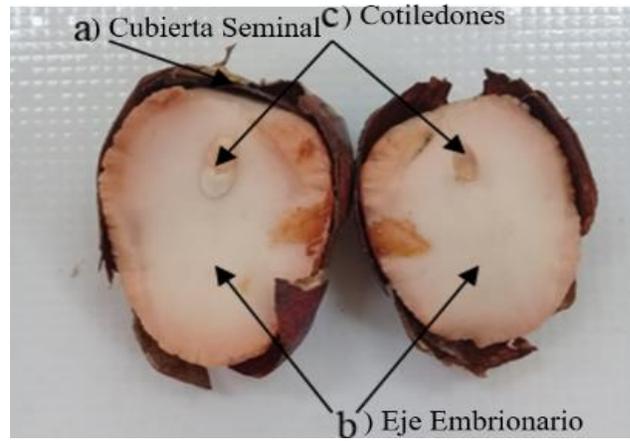
### 2.1.2 Generalidades de la semilla de palta.

#### 2.1.2.1 Anatomía de la semilla

Macroscópicamente la semilla de palta está compuesta de tres capas; (a) Cubierta

seminal, (b) eje embrionario, (c) cotiledones.

**Figura 2-4 Semilla de palta (Variedad Hass)**



Fuente: Elaboración Propia

La semilla está compuesta por una cubierta seminal que en frutos inmaduros es blanca gruesa y carnosa y, cuando se marchita, deja de crecer pues no hay abastecimiento de nutrientes hacia ella. La semilla, a su vez se deriva del tegumento interno y externo, en los cuales se encuentran células irregulares llenas de taninos; y por un embrión que es multicelular y esférico. (Gaviria y Mejía, 2012).

**Tabla II-1 Análisis proximal de la semilla de palta variedad hass**

Determinación	Resultados experimentales (g/100g)	Resultados bibliográficos (g/100g)
Humedad	47,5	47,8
Cenizas	1,2	0,9
Proteína	2,6	1,7
Fibra cruda	3,5	3,5
Extracto etéreo	2,4	2,8

Fuente: Eva Isabel García Ramírez; 2012.

La tabla II-1 demuestra la similitud de datos extraídos de la bibliografía en los análisis presentados por la autora Eva Isabel García Ramírez con el trabajo de;

“Extracción y caracterización fisicoquímica de la fracción colorante de la semilla del aguacate”.

### **2.1.3 Generalidades de los colorantes naturales**

Un colorante natural es toda aquella materia que tiene origen vegetal o animal, donde el color observado depende del tipo de radiaciones absorbidas o reflejadas al recibir un haz de rayos de luz blanca. Por eso el color se puede definir como la impresión que produce en la vista la luz reflejada por un cuerpo, (Cano, 2008).

El color en la extracción del colorante, con soluciones etanólicas resultan ser tipo color miel, mientras con solución de sulfito de sodio, tienen colores cafés rojizos o tonos ladrillo; a excepción de la semilla sin oxidar fresca con soluciones de sulfito de sodio al 1 y 2% que se tornan blanquecinas. (Gaviria y Mejía, 2012).

Se hace referencia a dos solventes muy óptimos para la extracción del colorante, como sustancias etanólicas y el sulfito de sodio, según a las investigaciones bibliográficas, como Cano Lasso y Gaviria-Mejía.

#### **2.1.3.1 Colorante natural de la semilla de palta**

Las investigaciones en estos últimos años para la extracción del colorante natural de la semilla de palta, muestran la comparación entre las variedades de Lorena y Hass, en rendimiento, costo, variedad de solventes como sulfito de sodio, etanol y éter de petróleo, así también la aplicación en el área de la textilería.

El colorante natural de la semilla de palta, se utiliza en algunas investigaciones, para el uso en cosmética, medicina y textilería. A partir de la semilla de palta se extrae un colorante como extracto en polvo soluble en agua y alcohol que se puede adicionar a los alimentos, principalmente lácteos y productos de panadería para modificar su apariencia.

En el área de la textilería, se tiene investigaciones de aplicación en fibras como: algodón y poliéster usando tres tipos de agentes mordientes como: sulfato de sodio, sulfato de cobre pentahidratado y sulfato ferroso, obteniéndose buenos resultados de fijación. (Diana Paulina Guerrero Escobar, 2011).

### 2.1.3.2 Clasificación de los colorantes

Los colorantes pueden ser clasificadas de la siguiente forma, según su origen.

Los productos orgánicos son cultivados sin pesticidas artificiales, fertilizantes o herbicidas, mientras que los productos naturales han sido elaborados solamente con ingredientes como plantas, minerales y frutas, por lo que son libres de ingredientes sintéticos o artificiales, o aditivos.

- **Colorantes naturales:** Son los procedentes de plantas y animales tales como la clorofila, carotenos, rivo flavina, entre otros. Estos son extraídos por diversos métodos como la maceración y fermentación.
- **Colorantes minerales:** Lacas, sulfato de cobre, cromato de plomo, etc., que actualmente no son utilizados en alimentación por llevar iones metálicos.
- **Colorantes artificiales:** Son los obtenidos por síntesis química; actualmente se conocen más de 3.000, aunque la lista de los utilizados especialmente en la alimentación es aproximadamente menos del diez por ciento.

### 2.1.3.3 Características físicas de los colorantes naturales:

- **Colorantes directos:** También llamados colorantes sustantivos. Normalmente el proceso de teñir con colorantes directos se lleva a cabo en un baño de teñido alcalino neutro o ligero, cerca del punto de ebullición, pero un tratamiento posterior separado, tal como fijación de colorante catiónico, para mejorar la solidez a la humedad ha sido necesario para más colorantes directos. Colorantes directos son ampliamente utilizados en el algodón, papel, cuero, lana, seda y nylon. También se utilizan como indicadores de pH y como manchas biológicas. Los colorantes son obtenidos de una solución acuosa y esta extracción se usa directamente para teñir o pintar en frío o en caliente. A veces se usa sustancias auxiliares como ácidos o sales. Como ejemplo tenemos la flor de cártamo, azafrán y cúrcuma.
- **Mordentados:** Son sustancias empleadas en tintorería que sirve para fijar los colores en los productos textiles. La función del mordiente es favorecer la fijación del colorante en las fibras. Este tipo de colorante no tienen por sí mismo el poder de entintar, solo con un tratamiento especial de sales metálicas solubles

que reaccionan sobre la fibra. Esta técnica se aplica a la mayoría de las plantas que dan color como la gardenia, cempoal Xóchitl, rubia y cochinilla.

El Alcohol Etílico, por ejemplo, fija, deshidrata, y si su acción no se prolonga, viabiliza la coloración. Del mismo modo, el ácido crómico actúa como mordiente y fijador. Otros fijadores, en cambio, modifican las características colorantes del tejido: los ácidos pícrico y óstnico, por ejemplo, perjudican la tonalidad de la hematoxilina.

- **Tipo de reducción:** Se emplea sustancias reductoras a los derivados del Indol, estas materias colorantes naturales se encuentran en el interior de los cuerpos vegetales o animales, pero son insolubles; para darles solubilidad, se prepara una solución incolora que se aplica a la fibra y después, mediante una oxidación aparece el color, como ejemplo está el amoníaco y peróxido de hidrógeno a bajas concentraciones con el objetivo de no dañar las fibras textiles.

- **Pigmentos:** Generalmente son polvos de materiales minerales, son insolubles que no tienen poder de entintar, por lo cual solo pueden utilizarse mezclándose con otro cuerpo, como el engrudo, cola, resina, caseína y clara de huevo.

Así pues, la distinción entre pigmento y colorante no es rígida, pudiendo una única sustancia ser a la vez tanto pigmento como colorante. Los pigmentos están compuestos por partículas insolubles en su vehículo, por lo que deben dispersarse finamente en un aglutinante.

Los pigmentos orgánicos se componen de compuestos carbónicos, como ejemplo; laca de granza de alizarina, colores azoicos (tonalidades amarilla, naranja y roja) y quinacridona (un pigmento violeta-rojo resistente a la luz).

Los pigmentos inorgánicos (de origen mineral) son compuestos metálicos, como ejemplo los ocre, cadmios, el azul cobalto y el blanco titanio.

Los pigmentos lacados son colorantes que se han hecho insolubles para algún tipo de aglutinante líquido o disolvente. Este proceso se consigue químicamente al fijar el colorante en una materia incolora e insoluble al aglutinante en cuestión (pigmento inerte). Aunque la resistencia a la luz del colorante mejore algo por este proceso, siempre resulta algo pobre. Además, los pigmentos lacados poseen

la propiedad sangrante de los colorantes, es decir, el color penetra por otras capas o en la cercanía inmediata.

Los colorantes naturales se describen por grupos en el cuadro II-2, a continuación:

**Cuadro II-2 Características químicas de los colorantes naturales**

	<b>GRUPO</b>	<b>COLOR</b>	<b>PROCEDENCIA</b>
Colorantes Flavonoides	Flanovol	Amarillo	Bidens
	Flavonona	Crema amarillo	Perejil
	Calcona	Rojo amarillo y	Cártamo
	Antocianina	Rojo y violeta	Tinantía
Colorantes Carotenoides	Caroteno	Anaranjado	Zanahoria
	Xentofila	Amarillo	Achiote
Colorantes tipo Quinona	Antroquina	Rojo	Rubia cochinilla
	Naftoquinona	Violeta	Henna
Derivados del Indol		Azul	Añil
Derivados de Delfinidina		Azul	Hierba de Pollo
Derivados de Dihidropilano		Rojo y violeta	Palo de Brasil
Grupo Betaleína		Rojo	Betabel
Grupo Xantonas		Amarillo	Líquenes
Grupo Tanino- Pirogallo y Catecol		Café	Castaño
Grupo Clorofila		Verde	Plantas verdes

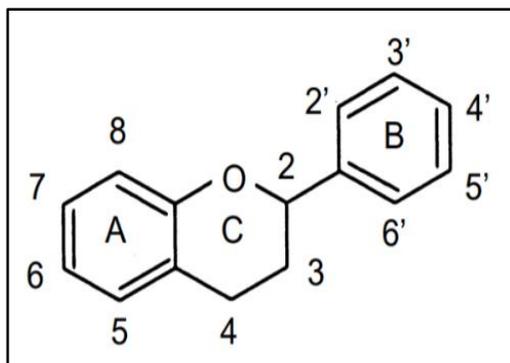
Fuente: Gaviria y Mejía (2012)

Estos colorantes naturales de acuerdo a sus procedencias, muestran colores diferentes de acuerdo a sus composiciones químicas.

### 2.1.4 Composición química del grupo flavonoides

Los flavonoides (flavonas, flavonoles, antocianinas), son compuestos de bajo peso molecular que comparten un esqueleto común de difenilpiranos (C<sub>6</sub>-C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub>), compuesto por dos anillos de fenilos (A y B) ligados a través de un anillo C de pirano (heterocíclico). Los átomos de carbono en los anillos C y A se numeran del 2 al 8, y los del anillo B desde el 2' al 6', fig. 2-5. La actividad de los flavonoides como antioxidantes depende de las propiedades redox de sus grupos hidroxifenólicos y de la relación estructural entre las diferentes partes de la estructura química. Esta estructura básica permite una multitud de patrones de sustitución y variaciones en el anillo C.

**Figura 2-5 Estructura química básica del flavonoide**

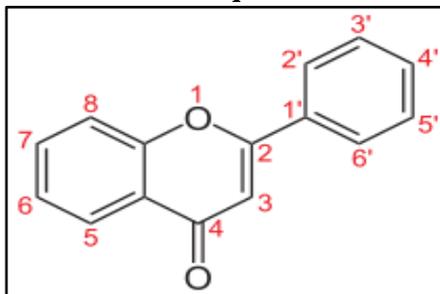


Fuente: Castillo y Ramírez; 2006

Nombre IUPAC: 2-fenil-1-benzopiran

Dependiendo del grado de oxidación del anillo piránico central, pueden diferenciarse varias clases de flavonoides naturales, así como se muestra a continuación:

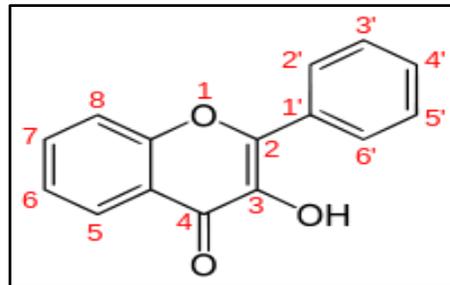
#### a) Flavonas **Figura 2-6 Estructura química básica de flavonas**



Fuente: Alejandro Martínez M.; 2005  
 Nombre IUPAC: 2-fenil-1,4-benzopirona

**b) Flavonoles**

**Figura 2-7 Estructura química básica del flavonol**

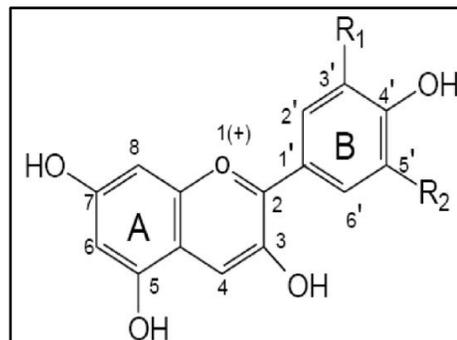


Fuente: Alejandro Martínez M.; 2005

Nombre IUPAC: 3-hidroxi-2-fenil-1,4-benzopirona

**c) Antocianinas**

**Figura 2-8 Estructura química básica de antocianinas**

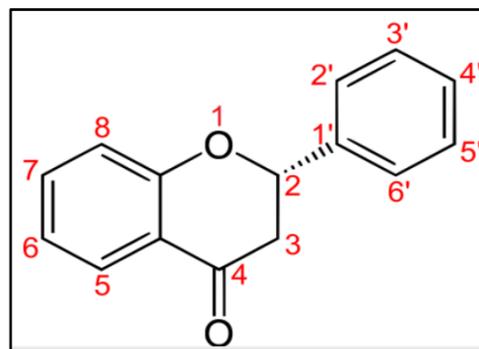


Fuente: Garzón; 2008

Nombre IUPAC: 2-fenilbenzopirilio

**d) Flavanona**

**Figura 2-9**



**Estructura química**

## **básica de flavononas**

Fuente: Alejandro Martínez M.; 2005

Nombre IUPAC: 2-fenil-1,4-benzopirona

### **2.1.5 Métodos y Técnicas de extracción de colorantes naturales**

#### **2.1.5.1 Extracción Soxhlet.**

La extracción por método Soxhlet es una extracción del tipo sólido-líquido. Esta se refiere al procedimiento consistente en poner en contacto un sólido triturado con un disolvente de extracción en el que son solubles algunas de las sustancias que incorpora el sólido en su composición. Se obtiene un sólido agotado y una disolución formada por el disolvente y las sustancias disueltas en él. (Néstor, 2016).

El método consiste en calentar un disolvente el cual se volatiliza y condensa goteando sobre la muestra la cual queda sumergida en el disolvente, posteriormente este es sifonado al matraz de calentamiento para empezar de nuevo el proceso.

**Figura 2-10 Equipo de extracción Soxhlet.**



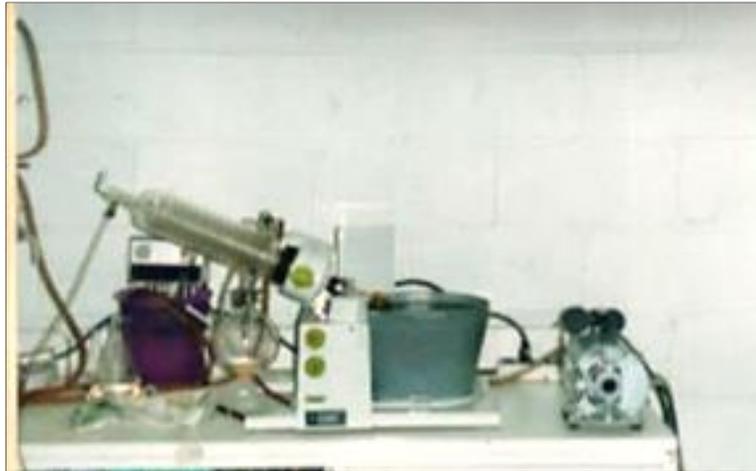
Fuente: Henry del Cid Vásquez Tesis Extracción de Pigmentos-Guatemala

#### **2.1.5.2 Arrastre con Vapor**

Este tipo de extracción utiliza el agua como el solvente, cuando el vapor entra en contacto con el material vegetal, hace que los compuestos aromáticos, que generalmente posee un punto de ebullición más bajo que el agua, se vaporicen y sean arrastrados junto con el vapor hasta el condensador, donde se condensan junto con el vapor de agua.

Esta técnica funciona para extraer aceites esenciales en general, pero no para aislar un compuesto determinado. Además, pueden encontrarse algunos compuestos que puedan degradarse con la temperatura del vapor. Así que a medida que la industria de los aceites esenciales se fue especializando, el arrastre por vapor ha sido dejado de lado a favor de tecnologías que funcionen a menor temperatura y pueda extraerse la mayor cantidad de compuestos esenciales (Néstor, 2016).

**Figura 2-11 Equipo de destilación por arrastre con vapor a escala laboratorio.**



Fuente: Henry del Cid Vásquez Tesis Extracción de Pigmentos-Guatemala 2004

### **2.1.5.3 Extracción con Fluidos Supercríticos.**

En términos generales y científicos, un fluido supercrítico posee propiedades entre las de un gas y las de un líquido. Los fluidos supercríticos son utilizados para reemplazar a los solventes en la extracción, medio de reacción o secado. Una de las sustancias más estudiadas es el dióxido de carbono, que tiene la ventaja de tener una temperatura crítica relativamente baja (cerca de 30°C), baja toxicidad y alta disponibilidad (Néstor, 2016).

Este método, tiene ventajas, a la posibilidad de modificar las propiedades del fluido, con lo cual se puede localizar en extraer una serie de compuestos sin afectar a los demás. Después de realizar la extracción el fluido se descomprime, haciendo que las sustancias extraídas queden libres para su uso, sin necesidad de una posterior purificación y/o recuperación del solvente.

La desventaja es el costo, presiones altas a manejar, los equipos involucrados deben tener la suficiente resistencia mecánica para poder soportar tales presiones y en caso de reacciones oxidativas en medio supercrítico y alto poder corrosivo (Néstor. 2016).

**Figura 2-12 Equipo de extracción con Fluidos Supercríticos**



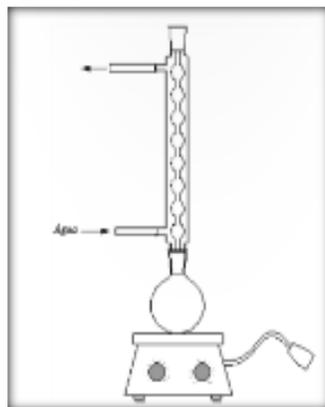
Fuente: Néstor Octavio Dueñas Sarmiento FUAC-2016

#### **2.1.5.4 Extracción mediante Maceración dinámica con reflujo.**

Este método de extracción las dos fases son móviles. Se coloca la materia prima dentro de un matraz y se pone en contacto directo con la solución extractora, debido a que la temperatura de ebullición del solvente es baja (en un rango entre  $77^{\circ}\text{C}$  y  $94^{\circ}\text{C}$ ) y su presión de vapor es alta. Al sistema se acopla un condensador de Allihn o de bolas; al llegar a la temperatura de ebullición del solvente la presión de vapor aumenta, por lo que el uso de un condensador de Allihn se hace más necesario para que se logre llevar a cabo el reflujo. Ambas fases se someten a un proceso de agitación con un agitador magnético logrando de esta manera la transferencia de momento para acelerar la transferencia de masa, durante 180 minutos en contacto, materia prima, solvente y así poder llegar a un proceso eficiente en la extracción (Néstor, 2016).

Este método extractivo aplica agitación dinámica a la mezcla. Las ventajas que presenta, se pueden mencionar a la obtención de rendimientos más altos, ya que es necesario aplicar calor a la mezcla. La aplicación de agitación propicia también, mayores rendimientos extractivos o bien reducir el tiempo extractivo. La reutilización de la mezcla gaseosa, gracias al condensador superior, ayuda a prevenir la pérdida de sustancias volátiles. Como desventaja están la necesidad de utilizar equipo más especializado como la plancha de calentamiento y el condensador.

**Figura 2-13 Equipo de Extracción con Maceración Dinámica con Reflujo.**



Fuente: Néstor Octavio Dueñas Sarmiento FUAC

Las ventajas de utilizar este equipo, rendimientos más altos por la aplicación de calor y movimiento en la solución, de igual forma el solvente utilizado no se evapora por el condensador.

### 2.1.6 Selección del proceso experimental

A continuación, se presentan las ventajas y desventajas de métodos de extracción.

**Cuadro II-3 Ventajas y Desventajas de métodos de extracción**

Proceso	Viabilidad	Ventajas	Desventajas
Soxhlet.	Es viable	Permite extraer la mayor cantidad debido al reflujo del solvente.  Accesible y sencillo de utilizar.	Se extraen en tiempos mayores que en otros métodos. Se utilizan altas relaciones masa soluto. El efecto combinado de temperatura y tiempo de extracción puede dar lugar a la inestabilidad del colorante. Contaminante al medio ambiente.
Maceración Dinámica con Reflujo.	Es viable	Utilizado a escala laboratorio para la extracción de colorantes.  Los tiempos de extracción son relativamente menores.	Se extrae cantidades mayores que mediante soxhlet.  Tiempos de extracción considerablemente altos para extraer mayores cantidades.
Arrastre con Vapor	Es viable	El tiempo de extracción es mucho menor comparado con el soxhlet.	Se extrae en cantidades menores y de baja calidad.  Esta técnica es muy recomendada para extraer aceites esenciales en general, pero no para aislar compuestos determinados. No se obtiene altos rendimientos.  Se menciona por su ventaja en tiempo de extracción.
Extracción por Fluidos supercríticos	No se dispone del equipamiento	No es tóxico, es amigable con el medio ambiente.  Extraen compuestos y almacena sin afectar a los demás.	Alto costo. Requiere equipos especiales. Presiones altas a manejar.  Se trabaja a temperaturas bajas.  Poca accesibilidad.

Fuente: Elaboración propia, en base a investigación de trabajos relacionados en extracción de colorante natural

### **2.1.7 Selección del proceso de extracción**

La Universidad no cuenta con un equipo de extractor por fluidos supercríticos y el equipo de Pulverización de colorantes.

La extracción por arrastre de vapor no presenta rendimiento exitoso, generalmente son para extracción de aceites esenciales, pero no para aislar un compuesto determinado, se menciona por el tiempo mínimo en extracción.

Considerando los equipos disponibles, la extracción puede realizarse en maceración dinámica con reflujo, equipo soxhlet y por arrastre con vapor.

Para la selección del proceso de extracción, se describen los factores sometidos a la siguiente calificación; 0, no aplica; 1, deficiente; 3, adecuado y 5 muy bueno.

**Tabla II-2 Selección del proceso de extracción**

Factor evaluado	Comentarios del Evaluador	Calificación		
		Maceración Dinámica con Reflujo	Equipo de Soxhlet	Arrastre con Vapor
Aplicabilidad al proceso Puntaje:20	La extracción del colorante natural ha sido realizada en estos tres equipos. Según referencia bibliográfica se ha extraído mayor cantidad de colorante por maceración dinámica con reflujo; según un estudio realizado por Néstor Dueñas el año 2016, alcanza eficiencias mayores que por otras extracciones, (Dueñas; 2016).	5	5	5
Tiempo de extracción Puntaje:30	Mediante maceración dinámica con reflujo, el tiempo de extracción óptimo es inferior a 2 horas y 30 min., obteniéndose con el equipo Soxhlet 3 hrs y arrastre con vapor de 3 horas. Todo esto varía con la relación solvente-materia y temperatura.	5	3	3
Temperatura de extracción Puntaje:30	En el equipo de soxhlet la temperatura es la de ebullición del solvente, con sulfito de sodio es 85°C. Por maceración dinámica con reflujo se trabajó en calentamiento entre 77 y 94°C y arrastre con vapor es de 80°C.	5	3	3
Costos Puntaje: 20	El soxhlet es más barato que el de maceración, ya que este requiere además de calentamiento, por arrastre con vapor, es más económico.	3	5	5

Fuente: Elaboración propia

Las características de extracción mencionadas en la tabla II-2 ventajas y desventajas, con la finalidad de seleccionar el proceso de extracción, disponiendo la aplicabilidad, tiempo, temperatura y costo de extracción.

**Tabla II-3 Matriz de Selección**

#	%	Rubros evaluados	Maceración Dinámica con Reflujo		Equipo Soxhlet		Arrastre de Vapor	
1	20	Aplicabilidad al proceso	1,0	20	1,0	20	1,0	20
2	30	Tiempo de extracción	1,0	30	0,6	18	0,6	18
3	30	Temperatura de extracción	1,0	30	0,6	18	0,6	18
4	20	Costos	0,6	12	1,0	20	1,0	20
total	100			92		76		76

Fuente: Elaboración propia

La matriz muestra que el método de mayor puntaje es el equipo de maceración dinámica con reflujo. A continuación, se definen y describen los conceptos básicos sobre la extracción por maceración dinámica con reflujo.

### **2.1.8 Selección del tipo de solvente**

Según datos bibliográficos de extracción del colorante natural de la semilla de palta, el mayor rendimiento se obtiene al utilizar sulfito de sodio al 1% en semilla seca oxidada; un rendimiento inferior se obtiene al usar la solución de sulfito de sodio al 2% y la semilla seca oxidada. Rendimientos idénticos se obtienen al utilizar las soluciones de etanol al 70% y rendimientos intermedios al utilizar soluciones de etanol al 35% y agua (García; 2012).

### **Cuadro II-4 Selección del tipo de solvente**

<b>Tipo de solvente</b>	<b>Ventajas</b>	<b>Desventajas</b>
Sulfito de Sodio 1%.	Extrae altas cantidades de colorante. Sustancia no controlada comercialmente. Excelente solvente para la extracción de polifenoles.	Resulta ser un poco tóxica. Ligeramente higroscópico. Poco accesible.
Etanol	Este solvente extrae cantidades similares al utilizar sulfito de sodio. Disponibilidad libre.	Al ser muy polar extrae otros componentes como ser las xantofilas. El solvente sobre su punto de ebullición degrada a algunos compuestos.
Agua	No tóxico Bajo costo Accesible	Extrae cantidades inferiores.

Fuente: Elaboración propia

De acuerdo al análisis desarrollado en la selección del tipo de solvente; se tiene que el sulfito de sodio y etanol son excelentes solventes para la extracción del colorante.

Se utilizó etanol al 35% para su desarrollo, debido a su disponibilidad, rendimiento y costo en el mercado. La preparación del solvente utilizado etanol se ve, en Anexo 3.

### **2.1.9 Teoría de extracción sólido-líquido con solvente**

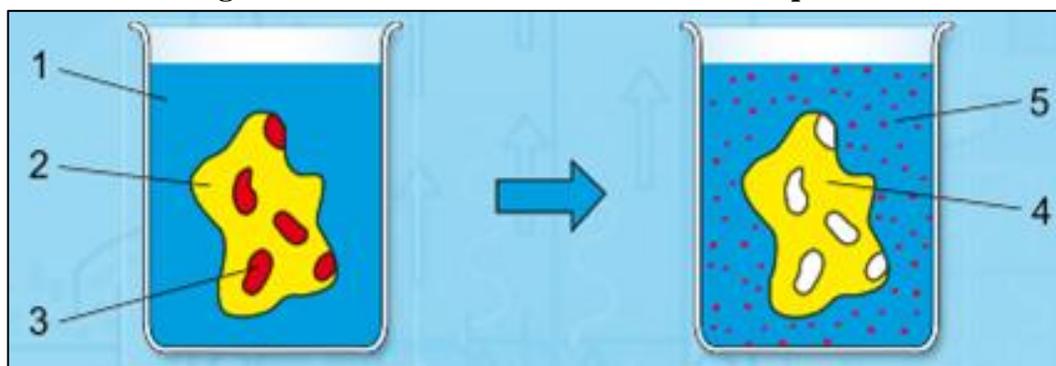
#### **2.1.9.1 Definición**

La extracción de colorante natural de la semilla de palta por medio de un solvente, es un procedimiento que se usa en casi su totalidad en laboratorios de centros de investigación. Estudios muestran en antecedentes capítulo I, de esta investigación.

La extracción sólida – líquido se muestra en un esquema en la siguiente figura siguiente; antes de la extracción (izquierda) y después de la extracción (derecha), bajo el detalle: 1) disolvente, 2) material de extracción (fase portadora sólida con soluto), 3) soluto, 4) fase portadora sólida lixiviada, 5) disolvente con el soluto de transición

en él disuelto.

**Figura 2.14 Teoría de extracción Sólido - Líquido**



Fuente: Extracción líquido – sólido; wikispaces;2018

En la figura 2.14, consiste en la remoción o extracción de un componente soluble (soluto) contenido en un sólido mediante un solvente apropiado. Es una operación de transferencia de masa por lo que es indispensable que exista un contacto íntimo entre el solvente y el soluto contenido en el sólido.

### **2.1.9.2 Factores que influyen en la velocidad y rendimiento de extracción**

#### **2.1.9.2.1 Tiempo de extracción**

El tiempo de extracción tiene una importancia fundamental sobre la cantidad de colorante extraído de una semilla, donde la mayor parte de colorante se extrae en los primeros noventa minutos, siendo la productividad y rendimiento más alto, frente a factores como: tamaño de partícula, solvente, agitación y temperatura.

Lo que la productividad describe, es la capacidad o nivel de producción por unidad de trabajo utilizado, mientras que el rendimiento proporciona los medios empleados para obtener el nivel de producción.

#### **2.1.9.2.2 Tamaño de partícula**

Es importante tener un tamaño definido de las partículas sólidas, de tal manera que alcance una buena superficie de contacto, sin ser un material muy fino que dificulte

su manipulación. La mayor superficie de contacto favorece la velocidad de transferencia del material sólido al solvente y facilita la difusión del soluto hacia el solvente por la menor distancia que recorre (Simons, 2010).

La finalidad de tener un tamaño homogéneo, es que requiera el mismo tiempo de extracción para cada partícula, evitando la producción de partículas finas, ya que este puede alojarse en los intersticios de las partículas de mayor tamaño, impidiendo así el flujo del disolvente.

#### **2.1.9.2.3 Tipo de solvente**

El solvente debe ser lo más selectivo posible, con una viscosidad lo suficientemente baja para facilitar su flujo a través del sólido y de bajo punto de ebullición para que el extracto pueda concentrarse por la evaporación del solvente.

Por lo general, se utiliza un solvente relativamente puro, pero a medida que transcurre la extracción, la concentración del soluto aumenta y la velocidad de extracción disminuirá progresivamente, debido al aumento de la viscosidad de la disolución (Simons, 2010).

#### **2.1.9.2.4 Temperatura del solvente**

El aumento de temperatura del solvente favorece la solubilidad y el aumento de la extracción de colorante; así mismo se observó en algunas semillas que sobrepasando la temperatura de 50°C se produce una disminución del poder de extracción del solvente. Sin embargo, para la semilla de palta, se utiliza entre 70°C y 90°C, ideal para su extracción.

#### **2.1.9.2.5 Agitación del solvente**

Incrementa la difusión y por lo tanto aumenta la transferencia de material, desde la superficie de las partículas a la solución.

El agitador debe tener una velocidad de 100 medido en rpm, considerando una velocidad alta para una plancha electromagnética, puesto que más baja, el rendimiento de extracción no es favorable.

#### **2.1.9.2.6 Influencia de la relación materia prima / solvente de extracción**

Es necesario encontrar una relación adecuada entre el solvente y la materia prima a ser extraída. Una proporción alta da lugar a extractos demasiado diluidos y si es muy baja no habrá buena difusión. El equilibrio se alcanza cuando el soluto se disuelve totalmente y la concentración de la solución que se forma es uniforme. Para el caso de estudio según datos bibliográficos la relación más favorable son 1:6 y 1:10 de soluto solvente respectivamente.

#### **2.1.10 Métodos y Técnicas cualitativas y cuantitativas del grupo flavonoides**

##### **2.1.10.1 Método de Espectrofotometría UV**

Son métodos cualitativos y cuantitativos, de análisis químico que utilizan la luz para medir la concentración de las sustancias químicas. Según sea la radiación utilizada, como espectrofotometría de absorción visible (colorimetría), ultravioleta e infrarroja.

Cada componente de la solución tiene su patrón de absorción de luz característico. Comparando la longitud de onda y la intensidad del máximo de absorción de luz de una muestra versus soluciones estándar, es posible determinar la identidad y la concentración de componentes disueltos en la muestra (solución incógnita).

Los espectros UV de los flavonoides en metanol presentan bandas características debido a los sistemas conjugados de los anillos aromáticos.

Las flavonas y flavonoles muestran dos bandas definidas; la banda I, de mayor longitud de onda en el rango 300-390 nm asociada con la funcionalidad cinamoílo, y la banda II, entre 250-280 nm debido al anillo aromático con la funcionalidad benzoílo, aunque a veces se observan otras bandas de absorción. La posición de la banda I depende del tipo de flavonoide: las flavonas muestran en 310-350 nm, los flavonoles con 3-O-sustituídos en 330-360 nm, y los flavonoles en 350-385 nm.

Los flavonoides tienen una banda de absorción de 530 nm de región de espectro visible. Las antocianinas tienen una absorción entre 490 y 550 nm de espectro visible; en él se puede observar que el extracto colorante posee antocianinas del grupo de antocianinas. (Wrolstad 2004 y Cano 2015).

La absorbancia se define por la expresión:

$$A = \log \frac{P_o}{P}$$

Donde la A es la absorbancia

P<sub>o</sub> la potencia de haz de radiación incidente.

P la potencia de dicho haz tras atravesar la muestra.

De acuerdo con la ley de Beer, la absorbancia está relacionada linealmente con la concentración de la especie absorbente o camino óptico, b.

Mediante la siguiente fórmula se calculó la concentración del colorante extraído.

$$A = \varepsilon * b * c$$

Donde:

A: Absorbancia (adimensional).

ε: Absortividad molar (7,47\*10<sup>-4</sup> cm<sup>-1</sup> ppm<sup>-1</sup>) (Diana Paula Guerrero Escobar,2011).

b: 1 cm.

c: Concentración (ppm).

#### **2.1.10.2 Técnica de Shinoda**

Los flavonoides se pueden reconocer experimentalmente mediante diferentes ensayos de coloración. Esta prueba consta en la identificación de glicósidos flavonoides en un extracto a través de una reacción. Es un análisis cualitativo en presencia del grupo químico de flavonoides: (Norma, Ángela, Paola; 2014).

- Flavonas: amarillo, naranja, rojo.
- Flavonol o flavanonol: rojo a carmesí, rojo magenta.
- Flavonas: carmesí a magenta, rojo, magenta, violeta, azul.
- Isoflavonas: amarillo.
- Isoflavanonas, calconas y auronas: incoloras.

Esta técnica se utiliza para flavonoides que contengan en su estructura o núcleo benzopirona como las flavonas, flavonoles, flavanonas, etc., producen coloraciones rojizas cuando a sus disoluciones acuosas o alcohólicas, se adicionan magnesio seguido de ácido clorhídrico (HCl) concentrado.

Consta en agregar 2 a 3 virutas de Magnesio y unas gotas de ácido clorhídrico concentrado, a un contenido de 5 ml aproximadamente del filtrado etanólico con el colorante; posteriormente se observa el cambio de coloración. (Corina Cruz y Sara Iveth Rosales; 2007).

#### **2.1.10.3 Técnica con Zn/HCl**

Este ensayo consta del reemplazo de Mg por el Zn en el procedimiento del ensayo Shinoda, solamente los dihidroflavonoles (o flavonoles) producen coloraciones rojo-violetas. Las flavononas y flavanoles no producen color o producen coloraciones rosadas débiles, (Alejandro Martínez M.; 2005).

Los flavonoles presentes en la técnica, producen coloraciones rojo-violetas. Mientras que las flavanonas y flavanoles no producen color o producen coloraciones rosadas débiles.

Consta en agregar 1 gramo de Zn y 1 ml de ácido clorhídrico al 2 %, aun contenido de 5 ml aproximadamente del filtrado etanólico con el colorante, posteriormente se observa el cambio de coloración. (Corina Cruz y Sara Iveth Rosales; 2007).

#### **2.1.10.4 Técnica con Hidróxido de Sodio al 5 %**

Esta prueba emplea un medio álcali donde la variación de color muestra: (Norma, Ángela, Paola; 2014).

Los extractos acuosos, muestran variación de color cuando se les adiciona un álcali:

- Flavonas y Flavonoles: amarillo.
- Flavonas e isoflavononas: diferentes tonos de rojo.
- Calconas: púrpura rojizo.

- Flavonoles: café anaranjado
- Antocianinas: azul.

La técnica consta en agregar 1 ml de NaOH al 5%, a un contenido de 5 ml aproximadamente del filtrado etanólico con el colorante; posterior se observa el cambio de coloración. (Corina Cruz y Sara Iveth Rosales; 2007).

**CAPÍTULO III**  
**PARTE EXPERIMENTAL**

### **3.1 Parte Experimental**

#### **3.1.1 Descripción del método de investigación**

La metodología empleada para la obtención del colorante natural de la semilla de palta fue por extracción sólido-líquido, es una operación unitaria que está referida a la disolución de uno o más componentes de una muestra sólida, por el contacto que se establece con un disolvente líquido. Se concentra el solvente y se recuperan los productos deseados, para esto debe haber contacto superficial directo entre ambas fases.

En el equipo de extracción con maceración dinámica, con ayuda de la parte experimental y el diseño factorial para determinar las variables de control más importantes en el proceso de extracción, la presente investigación brinda una alternativa para el aprovechamiento de estos residuos semilla de palta para la extracción del colorante.

El diseño experimental dependerá de nuestro propósito de investigación. No existe un modelo específico a seguir, sino la adecuación de modelos existentes según los criterios y las decisiones que se tome para la investigación.

##### **3.1.1.1 Diseño Experimental**

El diseño experimental es una serie de pruebas en las cuales se inducen variables de entrada de un proceso o sistema, de manera que, sean posibles observar, identificar y cuantificar las causas de los cambios en la respuesta de salida (Montgomery, 1991).

Con este diseño experimental se pretende determinar las variables correspondientes, para un alto rendimiento de extracción del colorante natural de la semilla de palta.

En un diseño experimental se manipulan una o más variables, vinculadas a las causas, para medir el efecto que tienen en otra variable de interés. El diseño experimental prescribe una serie de pautas relativas a qué variables hay que manipular, de qué manera, cuántas veces hay que repetir el experimento y en qué orden para poder establecer con un grado de confianza predefinido la necesidad de una presunta

relación de causa-efecto.

El diseño experimental encuentra aplicaciones en la industria, la agricultura, la mercadotecnia, la medicina, la ecología, las ciencias de la conducta, etc. constituyendo una fase esencial en el desarrollo de un estudio experimental.

### **3.1.1.2 Diseño Factorial**

El diseño experimental del presente estudio es realizado por el proceso de extracción sólido-líquido en el equipo de maceración dinámica con reflujo, el desarrollado es de  $2^3$ , donde 2 son los niveles y 3 factores. Se repite la experiencia 3 veces para tener resultados significativos y validados.

### **3.1.1.3 Factores**

#### **a) Temperatura**

Los estudios realizados reportan valores de temperaturas desde los 5°C hasta los 90°C para la extracción del colorante natural a partir de la semilla de palta por lo que se considera temperaturas dentro de ese rango.

#### **b) Relación soluto: solvente**

La relación entre soluto solvente, es una variable que permite conocer la cantidad de flavonoides extraídos a diferentes cantidades de solvente con el fin de utilizar la cantidad óptima. Se utiliza según fuentes bibliográficas la relación de 1:6 y 1:10.

#### **c) Tiempo de extracción**

La variable tiempo relaciona la cantidad de flavonoide extraída a diferentes intervalos de tiempo de tal manera que se optimice las horas de trabajo, entre 90 y 120 min.

### **3.1.1.4 Niveles**

Para determinar los niveles de los factores se tomó en cuenta las referencias bibliográficas presentadas en el capítulo anterior.

Se trabajó con 2 niveles, en cada nivel con 3 variables, se hizo combinación. Donde se muestra en el nivel 1, variables con numeración 0, y en el nivel 2 se muestra, variables con numeración 1, Ver tabla III-2.

**Tabla III-1 Niveles de los factores**

<b>Nivel</b>	<b>Relación soluto: solvente g/ml</b>	<b>Tiempo extracción t, min</b>	<b>Temperatura T, °C</b>
1	1:06	90	70
2	1:10	120	90

Fuente: Elaboración propia

**Tabla III-2 Codificación de las variables**

<b>Nivel</b>	<b>Relación solventes: materia (R)</b>	<b>Tiempo extracción t, min</b>	<b>Temperatura T, °C</b>
1	0	0	0
2	1	1	1

Fuente: Elaboración propia

**3.1.1.5 Variable respuesta**

La variable de respuesta VR, es el rendimiento sobre la concentración de flavonoide después de la extracción en g. de colorante / g. de materia prima inicial de extracción.

**Número de combinaciones**

Al ser el diseño factorial:

$$2^k$$

El número de experiencias es:  $2^3 = 8$

Considerando tres réplicas:

Número de experimentos:  $2^3 * 3 = 24$  *experimentos*

La combinación de las variables o interacción se muestra en la tabla III-3

**Tabla III-3 Diseño Factorial para el proceso de extracción**

<b>Relación</b>	<b>Tiempo (min)</b>	<b>Temperatura °C</b>	<b>Variable de repuesta VR</b>
0	0	0	Y1
0	0	1	Y2
0	1	0	Y3
1	0	0	Y4
0	1	1	Y5
1	0	1	Y6
1	1	0	Y7
1	1	1	Y8

Fuente: Elaboración propia

### **3.1.2 Equipos**

Los equipos y materiales empleados durante el desarrollo de la parte experimental se desarrollan a continuación, además de sus especificaciones en el ANEXO 2.

#### **3.1.2.1 Equipo de Maceración**

Este equipo se utilizó para la extracción del colorante, programando el agitador magnético los parámetros de variables de extracción, como la temperatura y el tiempo.

#### **3.1.2.2 Molino**

El rayador manual de carácter doméstico se utilizó para facilitar en el proceso de molido, esto debido a su constitución física (semilla grande y dura).

El molino manual de carácter doméstico se utilizó para la reducción de tamaño de la materia prima (semilla de palta) para poder de esta manera aumentar la superficie de contacto, facilitando el proceso de extracción. Con el tamaño aproximado de 1 mm.

### **3.1.2.3 Tamiz**

El tamiz vibratorio se utilizó para la clasificación granulométrica de la muestra. Es un equipo de fácil manejo de modo que está sujeto a la mesa de trabajo sin la necesidad de sujetar. Está compuesto por un juego de mallas de 4, 2, 1, 0,5, 0,25, 0,065 mm y una bandeja de recipiente de muestra.

Se trabajó con las mallas de 2, 1, 0,5 mm y bandeja colectora.

El más óptimo es la malla de 1 mm, con el objetivo de que la materia prima actúe con la misma superficie de contacto en la extracción.

### **3.1.2.4 Estufa**

La estufa se utilizó para secado de la materia prima y evaporar agua residual que quedó después de la destilación de la mezcla solvente-muestra de semilla. Este equipo es automatizado en el cual se introduce los parámetros de trabajo de temperatura en 40 °C, en 7 horas de proceso en intervalos de 30 min, con el fin de formar la curva de secado.

### **3.1.2.5 Rota Evaporador**

Este equipo se utilizó para evaporar el solvente etanol al 35 % de la mezcla con el extracto del colorante, se calibró la variable de 60 °C para la evaporación.

### **3.1.2.6 Balanza Analítica**

La balanza analítica se utilizó para el pesaje de la muestra durante todo el proceso de la extracción del colorante natural de la semilla de palta. Esta balanza consta de una pantalla digital y tiene una precisión de 0,001 gramos.

### **3.1.2.7 Espectrofotómetro UV-Vis**

El espectrofotómetro se operó para el análisis químico que definió la concentración de la muestra de colorante natural en función de la longitud de onda por bibliografía similar a las características de palta en la región. Permitió cuantificar cada análisis desarrollado para la determinación de flavonoides en el colorante natural, mediante una curva de calibración.

### **3.1.2.8 Picnómetro de acero inoxidable**

Este instrumento con la característica acero inoxidable, medidor de densidad específica de líquidos diferentes, con la capacidad de 100 cc, se utilizó para la determinación de masa en el proceso del balance de materia de acuerdo a la relación:  
 $\delta = m / v.$

El proceso consistió en tarar el instrumento en una balanza analítica; se llena el líquido completamente, se tapa, pesa nuevamente, se resta la masa del picnómetro y se observa la densidad del líquido.

El método es general para el caso de sólido y líquido.

El Instituto Americano de Petróleo (API por sus siglas en inglés) recomienda estrechamente el uso del picnómetro en los laboratorios experimentales, debido a la precisión que el mismo otorga, por su calibración del recipiente.

### **3.1.3 Materiales de Laboratorio**

Material de Laboratorio utilizado en la parte experimental, que se muestra en la Tabla III-4 siguiente:

**Tabla III-4 Material de laboratorio**

<b>Material</b>	<b>Especificación</b>	<b>Cantidad</b>
Pipetas	50 ml y 5 ml	1
Lunas de reloj	Vidrio	2
Vasos de precipitación	Vidrio 25 ml	2
Varillas de agitación	Vidrio	1
Pescaditos de imanes	Medianos	2
Mortero y pistilo	Porcelana	1
Mariposas	Plástico	1
Mangueras	Plástico	2
Termómetro de mercurio	Vidrio	1
Balón	Vidrio 250 ml	2
Embudos	Plásticos 100 ml	2
Matraz Erlenmeyer	Vidrio 250 ml	2
Papel filtro	Pliegue	2
Papel aluminio	Rollo	2
Tubos de ensayo	Vidrio	6
Condensador de Allihn o de bolas	Vidrio 24/40	1

Fuente: Elaboración Propia.

### **3.1.4 Reactivo de Extracción**

Se utilizó etanol al 35 %; reactivo químico que cumple la función de solvente en la extracción del colorante natural de la semilla de palta.

El etanol (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH) es un líquido incoloro y de color característico e inmiscible en el agua. En la tabla siguiente se muestra las especificaciones del solvente.

**Tabla III-5 Propiedades físico químico del Etanol**

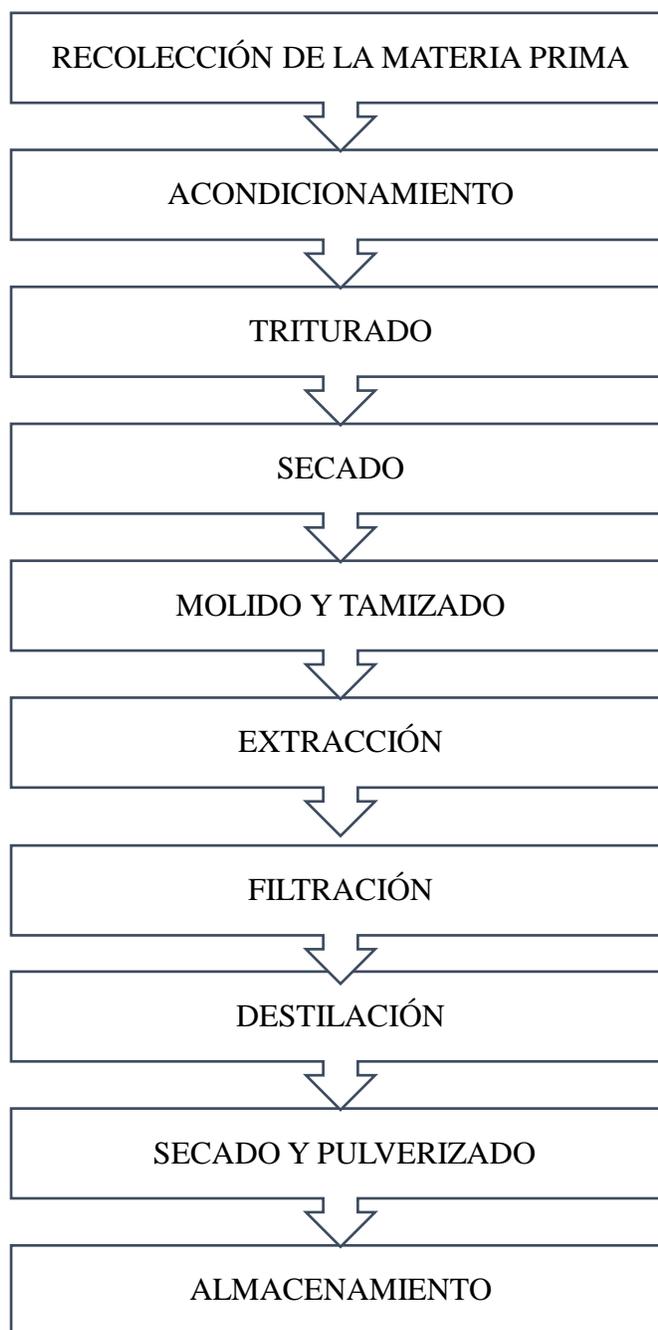
<b>Aspecto</b>	Transparente e incoloro	<b>Punto de crítico</b>	514 °K (241 °C)
<b>Densidad</b>	789 kg/ml, 0,789 g/ml	<b>Presión crítica</b>	63 atm
<b>Masa Molar</b>	46,07 g/mol	<b>Viscosidad</b>	1,074 mPa*s a 20 °C
<b>Punto de ebullición</b>	351,6 °K (78 °C)	<b>Acidez</b>	15,9 pKa
<b>Punto de fusión</b>	158,9 (-114 °C)	<b>Solubilidad</b>	Miscible con agua

Fuente: Elaboración Propia, de acuerdo a bibliografía

La procedencia industrial de este producto es de la empresa Solquifar en el departamento de Santa Cruz – Bolivia. La solución preparada y utilizada para los análisis, se muestra en ANEXO 3.

### 3.1.5 Proceso de extracción de colorante natural de la semilla de palta.

**Figura 3-1** Proceso de extracción del colorante natural de la semilla de palta



Fuente: Elaboración propia

### 3.1.5.1 Recolección de la materia prima

La palta es proveniente del municipio de Yacuiba de la comunidad de Campo Pajoso, abasteciendo los mercados internos del departamento de Tarija, en gran parte del experimento. Sustentando con la producción en el departamento de Tarija, mencionado en el Capítulo I.

**Figura 3-2 Palta  
proveniente del**



**Variedad Hass  
municipio de Yacuiba**

Fuente: Elaboración propia

**Figura 3-3 Palta Variedad Hass Comunidad de Campo Pajoso**



Fuente: Elaboración Propia

### 3.1.5.1.1 Caracterización de la materia prima

Las semillas utilizadas fueron de paltas maduras y de color verde intenso.

Para caracterizar a la materia prima se determinaron parámetros como ser; Ceniza, Fibra, Grasa, Hidratos de Carbono, humedad, proteína total y valor energético en el Centro de Análisis, Investigación y Desarrollo CEANID (Ver ANEXO 1).

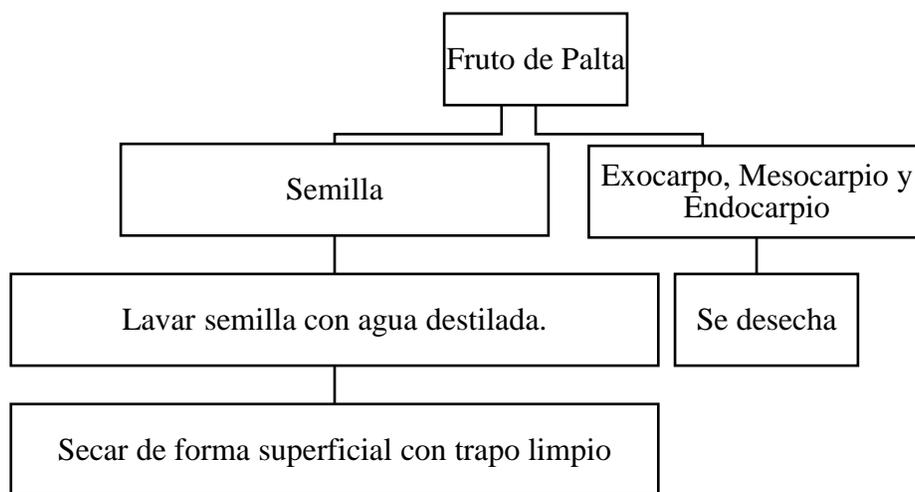
### 3.1.5.2 Acondicionamiento

Etapas para la extracción de la semilla y acondicionamiento.

- Selección; paltas en buen estado; frescas y maduras.
- Lavado y secado; se retiran las impurezas.
- Pesado; para cuantificar la semilla de las paltas.
- Separación de forma manual, semilla, cáscara y pulpa.
- Retirado y lavado con agua destilada la semilla.
- Secado superficial con trapo seco limpio.

A continuación, en la figura 3-4, se refleja el proceso para la desinfección de las semillas.

**Figura 3-4 Proceso de adecuación y desinfección de la materia prima**



Fuente: Elaboración propia

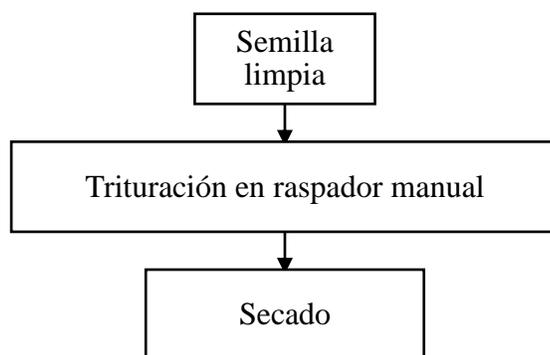
Se obtuvo una semilla limpia libre de impurezas. Mientras tanto la parte de exocarpio y endocarpio se utilizan generalmente como abono orgánico. Mientras que el endocarpio con el fin de utilidad en la producción de aceites, concentrados, biopesticidas y otros.

### 3.1.5.3 Triturado

La tritutación de la semilla se realizó en un rayador manual de carácter doméstico con el diámetro aproximado de 5 mm, con el objetivo de mejorar el secado para que sea homogéneo.

A continuación se muestra el proceso de reducción de tamaño.

**Figura 3-5 Proceso de reducción del tamaño**



Fuente:

propia

Elaboración

**Figura 3-6 Raspador manual**



Fuente: LOU-Laboratorio de Operaciones Unitarias-UAJMS

### 3.1.5.4 Secado

A continuación del triturado, se realizó el secado de la semilla que se determinó la humedad de 61,65%.

Se utilizó un secador de laboratorio con reflujo de aire y se elaboró la curva de pérdida de peso versus tiempo para determinar el tiempo de secado a una humedad parcial final.

**Figura 3-7 Semilla de palta triturada en secadero**



Fuente: LOU-Laboratorio de Operaciones Unitarias-UAJMS

Se tomaron en cuenta la temperatura de 40°C, para el secado

Para realizar la curva de secado se pesó 20 gramos de semilla de palta triturada.

En la tabla III-6, se muestra la tabla de elaboración de curva de secado:

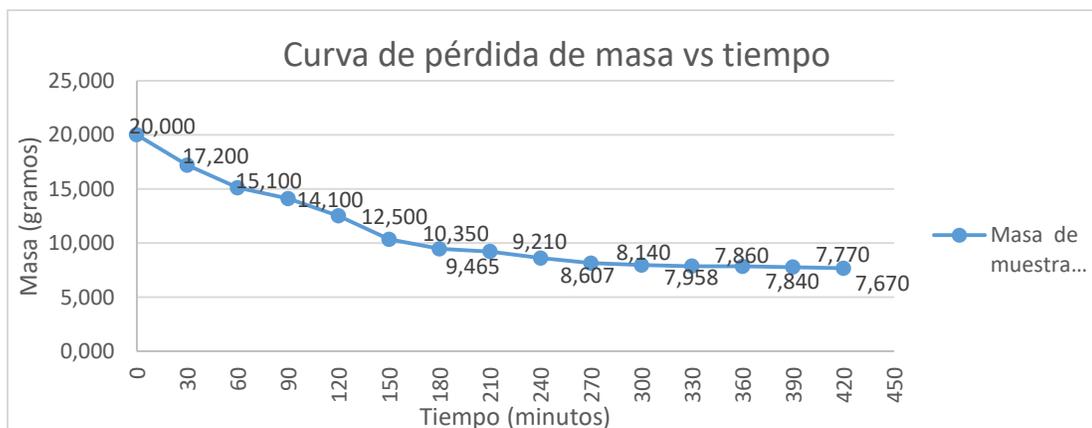
**Tabla III-6 Datos de elaboración de la curva de secado a 40 °C**

Tiempo (minutos)	Masa de muestra (gramos)	Residuo seco %	Tiempo (minutos)	Masa de muestra (gramos)	Residuo seco %
0	20,000	100,00	240	8,607	43,04
30	17,200	86,00	270	8,140	40,70
60	15,100	75,50	300	7,958	39,79
90	14,100	70,50	330	7,860	39,30
120	12,500	62,50	360	7,840	39,20
150	10,350	51,75	390	7,770	38,85
180	9,465	47,33	420	7,670	38,35
210	9,210	46,05			

Fuente: Elaboración propia

La cual se obtiene un 61,65 % de humedad residual. Y reducido de 20 g. a 7,67 gr finalmente constante.

**Figura 3-8 Curva de Secado**



Fuente: Elaboración propia

Tiempo de secado; 7 horas, en intervalo de 30 minutos cada medición.

Posterior se hizo analizar en laboratorio de CEANID las muestras de materia prima, obteniendo la humedad de 3,54%.

La experiencia que se tuvo entre los análisis de humedad por parte de CEANID y LOU, tiene la diferencia que en la primera se realizó con la muestra en seca en reposo antes de su análisis, mientras que, en LOU, se utilizó la muestra fresca. De ahí la diferencia de humedad que se tiene, tal como otros factores de tiempo, temperatura y tamaño de la partícula.

**Figura 3-9 Semilla de palta al 3,54 % de humedad residual**



Fuente: LOU-Laboratorio de Operaciones Unitarias-UAJMS

### 3.1.5.5 Molienda y Tamizado

Se realizó la molienda de la materia prima seca.

## Secado

**Figura 3-10 Molino**



**Fuente:** Material propio

Se pulverizó la muestra con el fin de tamizar y generar una extracción óptima, con un tamaño de 1 mm aproximado en el molino manual con tornillo sin fin y disco giratorio. Los parámetros de control del Tamiz son los siguientes:

- Tiempo: 20 minutos
- Mallas: 2mm, 1mm, 0,5 mm y Colector

La cantidad de materia prima seca molida, se utilizó para su clasificación de tamaño de partícula, obteniendo mayor porcentaje en la malla de 1 mm, que muestra en la figura 3-11 y la tabla III-7, a continuación:

**Figura 3-11 Tamizado de la muestra molida y seca**



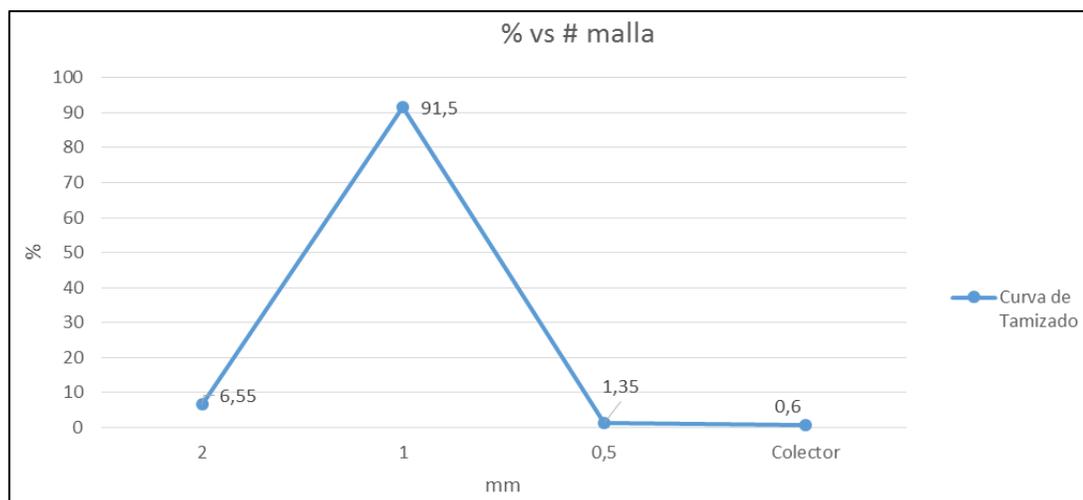
Fuente: LOU-Laboratorio de Operaciones Unitarias-UAJMS

**Tabla III-7 Resultado de Granulometría**

<b>Malla (mm)</b>	<b>Peso Inicial Malla (g)</b>	<b>Peso Final Malla (g)</b>	<b>Peso Semilla (g) Seco</b>	<b>%</b>
<b>2,0</b>	475,38	476,69	1,31	6,55
<b>1,0</b>	463,55	481,85	18,30	91,50
<b>0,5</b>	443,28	443,55	0,27	1,35
<b>COLECTOR</b>	482,01	482,13	0,12	0,60
<b>Total</b>			20,00	100,00

Fuente: Elaboración propia

**Figura 3-12 Curva de Tamizado**



Fuente: Elaboración propia

De la cantidad de masa en la malla de 1 mm se recaudó el 91,50 % de masa, se obtuvo 18,3 gramos sobre 20 gramos totales. Se tomó la masa de mayor porcentaje para los experimentos establecidos.

### 3.1.5.6 Extracción

Se utilizó el método de maceración dinámica con reflujo directo. La relación materia prima-solvente fue de 1:10 y 1:6. Se coloca 20 g. de la muestra pulverizada en un balón de 250 ml. Luego se calentó entre 70 °C y 90 °C, en un tiempo de 90 y 180 min, con 160 ml y 200 ml de alcohol al 35 %.

**Figura 3-13 Equipo de extracción con maceración dinámica con reflujo**



Fuente: LOU-Laboratorio de Operaciones Unitarias-UAJMS

### 3.1.5.7 Filtración

Se utilizó papel filtro y embudo de laboratorio, con el fin de separar la fase sólida de la materia prima con respecto a la fase líquida del extracto, esta última necesaria para la destilación adecuada del solvente.

**Figura 3-14 Filtrado y Separado**



Fuente: LOU-Laboratorio de Operaciones Unitarias-UAJMS

Con parámetros aproximado de, 15 cm<sup>2</sup> del tamaño dimensional, el material es de papel filtro común, con un embudo de plástico de 100 mm.

### 3.1.5.8 Destilación

Se realizó la evaporación del solvente etanol de la mezcla líquida hasta formar una solución concentrada del colorante natural, con el equipo de rota evaporador donde los parámetros de control son:

- Temperatura de Baño: 60 °C
- RPM: 150
- Presión de vacío: 575,62 mbar

**Figura 3-15 Evaporación del solvente**



Fuente: LOU-Laboratorio de Operaciones Unitarias-UAJMS

El sistema consiste en una plancha calefactora del baño maría y el sistema de rotación del matraz de evaporación. Se reduce la presión atmosférica mediante la aplicación de una bomba de vacío permitiendo que el alcohol sea separado del concentrado con un baño maría a la temperatura de evaporación y destilado en el tubo de condensación a baja temperatura y recolectados en el matraz colector.

### 3.1.5.9 Secado y Pulverizado

Después del destilado se obtuvo una masa pastosa de colorante natural. Este fue colocado en lunas de vidrio para ser trasladadas a estufa de secado a una temperatura de 40 °C por un tiempo de 12 horas aproximadamente, con el objetivo de evaporar la

minima cantidad de humedad.

Posterior se retiró la muestra de la estufa para pulverizar con mortero de porcelana y obtener el producto en polvo.

**Figura 3-16 Muestra seca de colorante**      **Figura 3-17 Muestra seca de colorante**



Fuente: LOU-UAJMS

**pulverizado en mortero**



Fuente: LOU-UAJMS.

Se cuantificó cada muestra de colorante en polvo obtenido.

### **3.1.5.10 Almacenamiento**

Se almacenó en bolsas de plástico herméticas con el fin de minimizar absorción de humedad externa u otro factor contaminante del medio ambiente.

**Figura 3.18 Almacenamiento en Bolsitas Herméticas**



Fuente: LOU-Laboratorio de Operaciones Unitarias-UAJMS

La figura 3.18 muestra el almacenamiento del colorante natural en polvo fino, extraído de la semilla de palta. Son los 8 primeros experimentos de extracción en la primera réplica.

El empaque apropiado es vital para guardar, proteger y servir de medio para manipular productos, puesto que resguardar en bolsitas herméticas es ideal para conservar sus características del colorante.

### **3.1.6 Pruebas Cualitativas de identificación de Flavonoides**

Para identificar flavonoides, se utilizó 2 pruebas de identificación por cambio de color.

#### **– Prueba de Shinoda y Zn/HCl:**

Del filtrado etanólico, se introdujo 5 ml en un tubo de ensayo, con una laminilla de Zinc, aproximadamente 1 g. y 1 ml. de ácido clorhídrico al 2%.

**Figura 3-19 Material Zn y HCl al 2%**

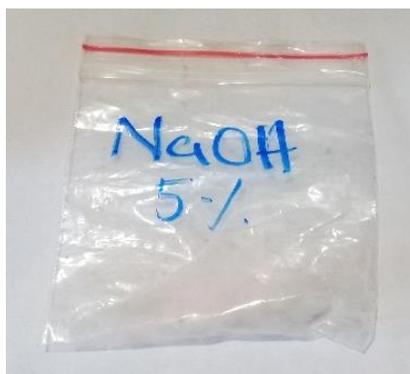


Fuente: Elaboración propia

– **Prueba con Hidróxido de Sodio al 5 %:**

Del filtrado etanólico, se tomó 5 ml del concentrado en un tubo de ensayo, se añadió 1 g. de NaOH 5%.

**Figura 3-20 Hidróxido de sodio al 5 %**



Fuente: Elaboración propia

**3.1.7 Prueba Cuantitativa de identificación de Flavonoides**

Se midió las absorbancias a la longitud de onda de 530 nm y  $7,74 \times 10^{-4}$  1/(ppm\*cm) de absortividad (Diana Paulina Guerrero Escobar-2011). Con el fin de encontrar las concentraciones de cada una las muestras del colorante natural extraído experimentalmente.

Según la ley de Beer:

$$A = \varepsilon * l * c$$

Donde:

A es la absorbancia (adimensional)

$\epsilon$ , es la absortividad molar (L/mol cm)

$l$ , es el espesor de la cubeta que contiene la muestra (cm)

$c$ , Concentración de la solución (mol/L)

Análisis estadístico de los datos

Se pesó 2 mg. de colorante extraído sólido, se disolvieron en 5 ml agua destilada.

$$\text{Concentración (ppm)} = \frac{2 \text{ mg}}{5 \text{ ml}} * 1000$$

$$\text{Concentración (ppm)} = 400$$

La solución de colorante utilizado es de 400 ppm.

Encontrando la absortividad de: 1/(ppm\*cm) en L/(mol\*cm), con el fin de utilizar en las unidades de la Ley de Beer.

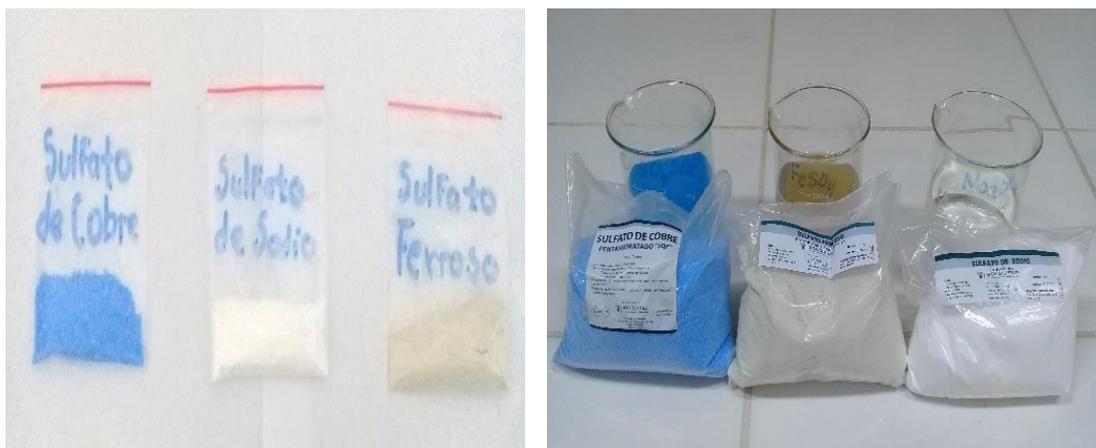
$$\begin{aligned} 7,47 \times 10^{-4} \frac{1}{\text{ppm} * \text{cm}} &= 7,47 \times 10^{-4} \frac{1}{\frac{\text{mg}}{\text{L}} * \text{cm}} \\ &= 7,47 \times 10^{-4} \frac{\text{L}}{\text{mg} * \text{cm}} * \frac{1000 \text{ mg}}{1 \text{ g}} * \frac{222.243 \text{ g}}{1 \text{ mol}} \\ &= 166,0155 \frac{\text{L}}{\text{mol} * \text{cm}} \end{aligned}$$

Entonces  $\epsilon=166,0155 \text{ L/mol*cm}$ .

### 3.1.8 Pruebas de tinción en fibras

Las pruebas de tinción se realizaron con los mordientes seleccionados: Sulfato de sodio, sulfato ferroso y sulfato de cobre pentahidratado para determinar la efectividad en la penetración y el efecto de cambio de color.

**Figura 3-21 Muestras de sulfatos**



Fuente: LOU-Laboratorio de Operaciones Unitarias-UAJMS

Se preparó 100 ml de cada mordiente al 2% (2 gramos).

Las muestras de fibras diferentes se dejaron reposar en un recipiente a 70°C por 2 horas. Se sacó las muestras y se llevaron al recipiente contenido con el colorante al 5%, 8% y 10 % de concentración en 100 ml de volumen, a 70°C por el lapso de 4 horas. Posterior se enjuagó con agua potable y se secó al ambiente.

### **3.1.9 Balance de Materia y Energía del proceso**

El balance de materia proporciona datos sobre flujos intermedios y pérdidas en el proceso, ya sea por extracción, filtrado y/o tamizado.

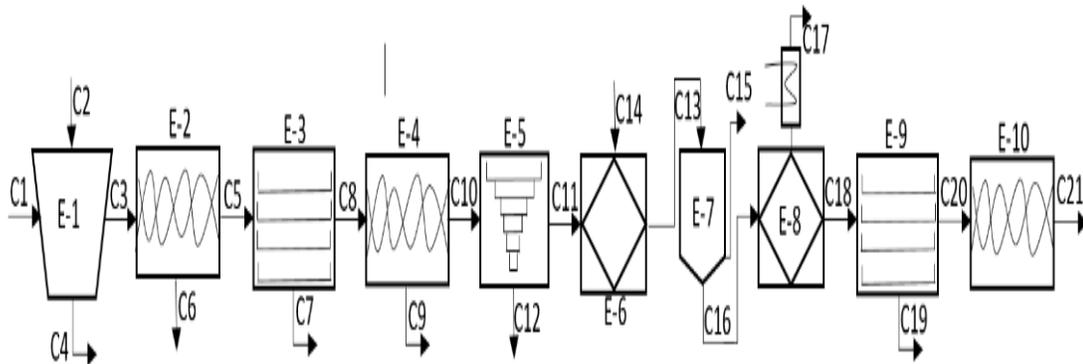
Para el balance de materia se realizó la extracción a partir de 54,02 gramos de la materia prima. Posterior, en el proceso de extracción por maceración dinámica con reflujo, se utilizó 20 g. para cada experimento. El balance se realizó, en el proceso de extracción en las condiciones más óptimas de rendimiento; a una relación de 1:10 soluto:solvente, 120 minutos y 90 °C.

**Tabla III-8 Datos de proceso de obtención de colorante natural**

<b>Secado</b>			
Humedad inicial	61,25%	Temperatura inicial	20 °C
Humedad final	3,54%	Temperatura de secado	40 °C
Masa de materia prima seca	21,7 g	Calor específico del agua	4,184 KJ/Kg*°K
<b>Proceso de extracción</b>			
Masa de materia prima seca	20 g.	Densidad de etanol al 35% a 20°C	0,791 g/ml
Relación soluto: solvente	1:10 y 1:6	Temperatura	70 °C y 90 °C
Volumen solvente	160 ml y 200 ml	Tiempo de extracción	90 min y 120 min
<b>Proceso de evaporación</b>			
Masa de extracto filtrado	155,827 g.	Calor específico de etanol	2,4283 kJ/kg °K
Temperatura de baño	60 °C	Masa de etanol evaporado	96,502 g.
Masa de alcohol evaporado	96,502 g.	Temperatura de etanol condensado	25 °C
<b>Secado</b>			
Masa de colorante natural	3,78 g.	Temperatura	40 °C

Fuente: Elaboración propia

**Figura 3-22 Proceso de extracción de colorante de la semilla de palta**



Fuente: Elaboración propia

**Tabla III-9 Equipos y Proceso de Operación según Figura 3-22**

Equipo	Descripción
E-1	Lavado
E-2	Triturado
E-3	Secado
E-4	Pulverizado
E-5	Tamizado
E-6	Equipo de Maceración
E-7	Filtrado
E-8	Rota-evaporador
E-9	Secado
E-10	Pulverizado

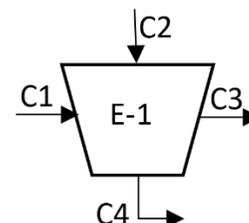
Fuente: Elaboración propia

### 3.1.9.1 Balance de materia

#### - Operación 1. Lavado

Se realizó el lavado de la semilla con agua destilada para evitar partículas extrañas de impurezas con el fin de prevenir complicaciones en el proceso de extracción.

$$\text{Balance General} \quad C1 + C2 = C3 + C4 \quad \text{Ec. 3.1}$$



$C1 = 54,02$  g. materia prima

$C2 = 200$  g. de agua destilada

$C3 = 54,0176$  g. materia prima limpia

De la Ec. 3.1, se despeja  $C4$ , para determinar partículas extrañas de impureza.

$$C4 = C1 + C2 - C3$$

$$C4 = (54,02 + 200 - 54,0176) \text{ g.}$$

$$C4 = 200,0024 \text{ g. de masa total de salida en el lavado}$$

Se tuvo un total de 200,0024 g. de masa a la salida del proceso de lavado, se determinó 0,0024 g. de partículas extrañas de impurezas, con relación a la masa final de la materia prima.

### - Operación 2. Triturado de la semilla de palta

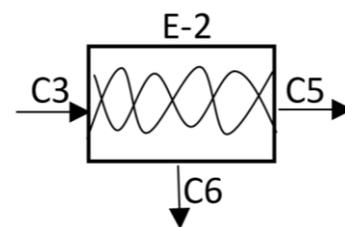
Se determinó una mínima cantidad de impurezas, donde:

$C5 = 54,01$  g. de masa tritura a la salida.

Balance General:  $C3 = C5 + C6$  Ec. 3.2

$$C6 = C3 - C5 = (54,0176 - 54,01) \text{ g.}$$

$$C6 = 0,0076 \text{ g. masa perdida}$$



Se determinó una pérdida de 0,0076 g. de masa perdida en el proceso del triturado.

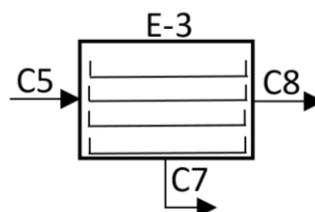
### - Operación 3. Secado de la semilla triturada.

Dado que la curva de secado se realizó con una masa de 20 gramos inicialmente para su determinación de la curva de secado y su humedad, se obtuvo masa constante en 7,67 g. de semilla seca; de acuerdo a resultados experimentales se tiene:

X = porcentaje de humedad

$C5 =$  g. masa de materia prima

$C8 = 21,7$  g.



$$X5 = 0,6165 \%$$

$$X8 = 0,0354 \%$$

Cálculo de la masa de semilla fresca triturada para la obtención de 20 g. de masa de semilla seca.

Balance general:  $C5 = C7 + C8$  Ec. 3.3

Despejando C7:  $C7 = C5 - C8$  Ec. 3.4

Balance por componente agua:  $C5 * X5 = C7 * X7 + C8 * X8$

C7 es el vapor de agua;  $X7=1$   $C5 * X5 = (C5 - C8) + C8 * X8$

$$C5 * (X5 - 1) = C8 * (X8 - 1)$$

$$C5 = 21,7 * (0,0354 - 1) / (0,6125 - 1)$$

$$C5 = 54,01 \text{ g. de materia prima}$$

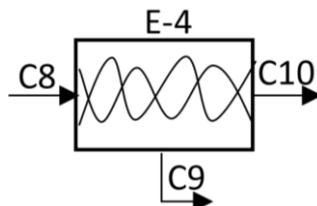
Se obtuvo 54,01 g. de materia prima necesaria para obtener 20 g. de semilla seca.

Para la humedad de la muestra evaporada; de la Ec. 3.4

$$C7 = 54,01 - 21,7 = 32,31 \text{ g. de vapor de agua.}$$

#### - Operación 4. Pulverizado

Para el proceso de pulverización, se utilizó la masa de semilla seca en forma triturada.



Balance General:  $C8 = C9 + C10$  Ec. 3.5

$$C9 = C8 - C10 = 21,7 \text{ g.} - 21,6075 \text{ g.}$$

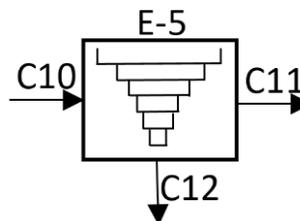
$$C9 = 0,0925 \text{ g. perdida}$$

Se obtuvo una pérdida en este proceso de 0,0925 g. de materia prima.

### - Operación 5. Tamizado

$C_{10} = 21,6075$  g. de materia prima pulverizada

$C_{11} = 20,02$  g. de materia prima seleccionada para la extracción



Balance General:  $C_{10} = C_{11} + C_{12}$  Ec. 3.6

$$C_{12} = C_{10} - C_{11} = 21,6075 \text{ g.} - 20,02 \text{ g.}$$

$$C_{12} = 1,59 \text{ g. de polvo}$$

Se obtuvo una pérdida de 1,59 g. de polvo grueso y fino.

Se tiene una masa de 20,02 g. de polvo a una granulometría en malla de 1mm.

### - Operación 6. Equipo de Maceración

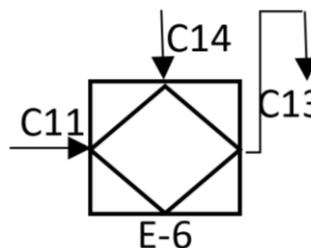
Durante el proceso de maceración la masa permanece constante ya que el sistema es cerrado herméticamente.

Balance General:  $C_{11} + C_{14} = C_{13}$  Ec. 3.7

$C_{11} = 20,02$  g de materia prima seca

$C_{14} =$  Masa de alcohol al 35% ( $v=200$  ml)

$\rho = 0,791$  g/ml  $C_2H_5OH$  35%



$$d = m / v$$

$$m = 0,791 \text{ g/ml} * 200 \text{ ml}$$

$$C_{14} = m = 158,2 \text{ g } C_2H_5OH \text{ 35\%}$$

Entonces de la Ec. 3.7, se tiene:  $C_{13} = (20,02 + 158,2)$  g.

$$C_{13} = 178,22 \text{ g.}$$

La masa de salida en el proceso de maceración se obtuvo 178,22 g. de extracto heterogéneo (masa semilla y solvente).

### - Operación 7. Filtración

Balance General:  $C13 = C15 + C16$  Ec. 3.8

Al no separarse totalmente la fase sólida de la líquida la cantidad del solvente remanente es:

$$V16 \text{ extraído} = 197 \text{ ml} * 0,791 \text{ g/ml} = 155,827 \text{ g.}$$

V15 perdido = 3 ml de extracto

Despejando C15 de Ec. 3.8  $C15 = C13 - C16 = (178,22 - 155,827) \text{ g.}$

$$C15 = 22,393 \text{ g. perdido}$$

Para corroborar la masa perdida en la filtración se tiene:

$$C15 = V \text{ ext. Conc.} * \rho \text{ ext. conc.} \quad \text{Ec 3.9}$$

$$C15 = 3 \text{ ml} * 0,791 \text{ g/ml}$$

$$C15 = 2,373 \text{ g. de masa de extracto perdido}$$

$$C15 \text{ total} = \text{masa materia prima} + \text{masa extracto perdido}$$

$$C15 \text{ total} = 20,02 \text{ g.} + 2,373 \text{ g.}$$

$$C15 = 22,393 \text{ g.}$$

Se confirmó 22,393 g. de masa perdida por la corriente C15, incluyendo las dos partes masa de materia prima y masa de extracto. Siendo la última 2,373 g. de masa de extracto perdido.

### - Operación 8. Destilado

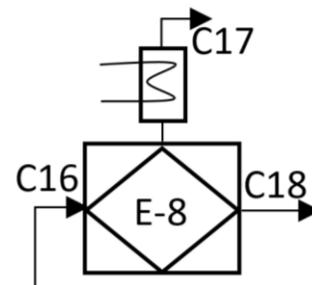
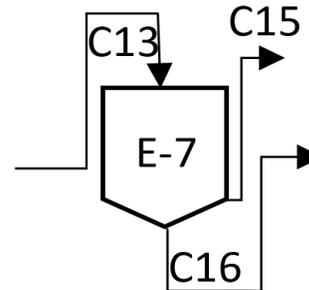
C16 = 155,827 g. de extracto

$$V17 = 122 \text{ ml} * 0,791 \text{ g/ml} = 96,502 \text{ g. de alcohol}$$

C18 = (masa del extracto concentrado de colorante natural)

Balance General:  $C16 = C17 + C18$  Ec. 3.10

$$C18 = C16 - C17$$



$$C18 = 155,827 \text{ g.} - 96,502 \text{ g.}$$

$$C18 = 59,325 \text{ g. del extracto pastoso}$$

### - Operación 9. Secado

C18 = 59,325 g. de masa pastosa concentrada de colorante

C20 = 3,78 g. de cristales de Colorante

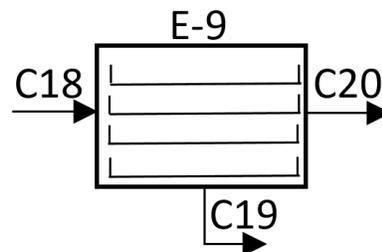
C19 = g de agua evaporado

$$\text{Balance General: } C18 = C19 + C20 \quad \text{Ec. 3.11}$$

$$\text{Despejando: } C19 = C18 - C20$$

$$C19 = 59,325 - 3,78$$

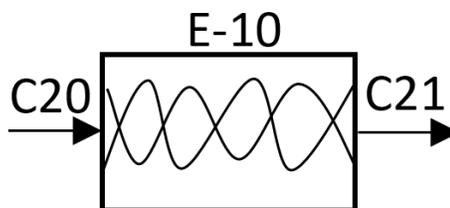
$$C19 = 55,545 \text{ g. de agua evaporada}$$



La masa de agua evaporada es de 55,545 gramos para este análisis.

### - Operación 10. Pulverización.

La pulverización es una etapa con cambio físico de la estructura sólida, la cual todo lo que entra es igual a lo que sale. Utilizando mortero de laboratorio.



$$\text{Balance General: } C20 = C21 \quad \text{Ec. 3.12}$$

$$C20 = C21 = \text{masa de colorante}$$

La cantidad del colorante obtenido, se transformó en rendimiento con respecto a la masa de semilla inicial de extracción.

$$\eta_e = (\text{g. de colorante} / \text{g de materia prima inicial de extracción}) * 100$$

$$\eta_e = (3,78 \text{ g} / 20,02 \text{ g}) * 100$$

$$\eta_e = 18,9 \%$$

Se tiene un rendimiento de 18.9 % de extracción del colorante natural.

Se determinó el rendimiento de colorante con respecto a la semilla inicial.

$$\eta_e = (\text{g cristales de colorante} / \text{g de materia prima inicial del proceso}) * 100$$

$$\eta_e = (3,78 \text{ g} / 54,02 \text{ g}) * 100 = 6,99 \%$$

Se obtuvo el 6,99 % de rendimiento en base a la materia prima inicial del proceso de preparación de la materia prima.

**Tabla III-10 Resumen del Balance de Materia**

<b>Corriente</b>	<b>Etapas de Proceso para la Obtención del Colorante Natural</b>	<b>Flujos, g</b>
	<b>E-1 Lavado</b>	
<b>C1</b>	Masa de materia prima	<b>54,0200</b>
<b>C2</b>	Masa de agua destilada	<b>200,0000</b>
<b>C3</b>	Masa de materia prima limpia	<b>54,0176</b>
<b>C4</b>	Masa con impureza	<b>200,0024</b>
	<b>E-2 Triturado de la semilla</b>	
<b>C5</b>	Masa de materia prima triturada	<b>54,0100</b>
<b>C6</b>	Masa de materia prima perdida	<b>0,0076</b>
	<b>E-3 Secado de la semilla</b>	
<b>C7</b>	Masa de vapor de agua	<b>32,3100</b>
<b>C8</b>	Masa de materia prima seca	<b>21,7000</b>
	<b>E-4 Pulverizado</b>	
<b>C9</b>	Masa de materia prima perdida	<b>0,0925</b>
<b>C10</b>	Masa pulverizada	<b>21,6075</b>

**Cont.**

	<b>E-5 Tamizado</b>	<b>Cont.</b>
<b>C11</b>	Masa de materia prima clasificada	<b>20,0200</b>
<b>C12</b>	Masa de materia prima perdida	<b>1,5900</b>
	<b>E-6 Equipo de Maceración</b>	
<b>C13</b>	Mezcla heterogénea (materia prima + alcohol)	<b>178,2200</b>
<b>C14</b>	Masa de alcohol	<b>158,2000</b>
	<b>E-7 Filtración</b>	
<b>C15</b>	Masa total perdida (materia prima + extracto)	<b>22,3930</b>
<b>C16</b>	Masa de extracto filtrado	<b>155,8270</b>
	<b>E-8 Destilación o Evaporación</b>	
<b>C17</b>	Masa de alcohol evaporado	<b>96,5020</b>
<b>C18</b>	Masa de colorante natural	<b>59,3250</b>
	<b>E-9 Secado</b>	
<b>C19</b>	Masa de vapor de agua	<b>55,5450</b>
<b>C20</b>	Masa de colorante natural	<b>3,7800</b>
	<b>E-10 Pulverizado</b>	
<b>C21</b>	Masa de colorante natural	<b>3,7800</b>

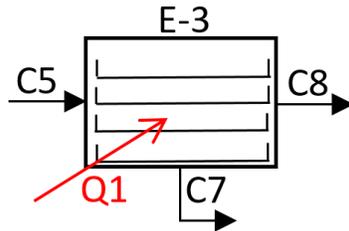
Fuente: Elaboración propia

### **3.1.9.2 Balance de energía**

El balance de energía nos permite saber cuánto de energía se requiere para producir una cantidad determinada del producto. En el caso del presente trabajo, como el mismo se realizó a escala de laboratorio y prestado por LOU-Laboratorio de Operaciones Unitarias, los consumos energéticos son mínimos y no pueden ser tomados en cuenta a la hora de realizar un cálculo de costos.

En este acápite se realizó el balance de energía en los procesos de secado de la materia prima, extracción, evaporación y secado del colorante.

– **Balance de energía en el secadero**



La energía transferida

comprende:

- Calor sensible para aumentar la temperatura de la masa de semilla de palta a la temperatura de secado.
- Calor latente para el cambio de fase del agua líquida a vapor.

Balance energético:

$$Q1 = Q_{Sensible} + Q_{vaporización} \quad Ec. 3.13$$

$$Q_{Sensible} = C8 * \Delta h_{solido} \quad Ec. 3.14$$

$$\Delta h_{solido} = Cp_s(T_f - T_i) + X5 Cp_{agua}(T_f - T_i)$$

$$\Delta h_{solido} = 2,428 \frac{Kj}{Kg^{\circ}K} ((273,15 + 40) - (273,15 + 15))^{\circ}K + 0,6165$$

$$* 4,184 \frac{Kj}{Kg^{\circ}K} ((273,15 + 40) - (273,15 + 15))^{\circ}K$$

$$\Delta h_{solido} = 60,7 + 64,486$$

$$\Delta h_{solido} = 125,186 \frac{Kj}{Kg}$$

$$Q_{Sensible} = 0,0217 Kg * 125,186 \frac{Kj}{Kg}$$

$$Q_{Sensible} = 2,716 Kj$$

$$Q_{vaporización} = C8 * (X5 - X8) * \Delta h_{vap} \quad Ec. 3.15$$

La presión atmosférica en Tarija es de 1,013 bar; el equipo de vacío realiza una diferencia de presión de 0,6 bar por lo que la presión reducida en el sistema es de 0,413 bar que equivalen a 41 KPa. Por tablas termodinámicas se halla la entalpia de vaporización a la presión de 41 KPa.

$$\Delta h_{vap\ agua} = 2.317,7 \text{ Kj/Kg}$$

$$Q_{vaporización} = 0,0217 \text{ Kg} * (0,6165 - 0,0354) * 2.317,7 \text{ Kj/Kg}$$

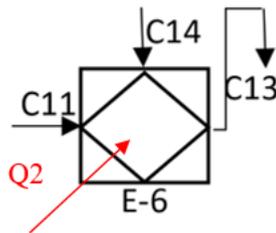
$$Q_{vaporización} = 29,226 \text{ Kj}$$

Entonces el calor necesario es:

$$Q_1 = 2,716 \text{ Kj} + 29,226 \text{ Kj}$$

$$Q_1 = 31,942 \text{ Kj}$$

– **Balance de energía en el equipo de maceración.**



$$Q_2 = Q_{Sensible} \text{ Ec. 3.16}$$

$$Q_2 = m_{semilla} * C_{psemilla} * (\Delta T) + m_{solvente} * C_{psolvente} * (\Delta T)$$

M solvente= 0,1582 Kg etanol al 35%

Cp. solvente= 2,513 Kj/Kg\*°K

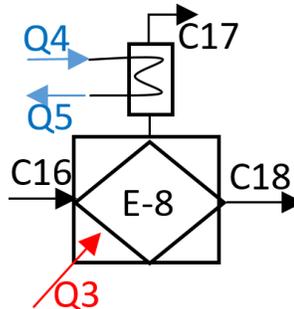
$$Q_2 = 0,020 \text{ Kg} * 2,428 \frac{\text{Kj}}{\text{Kg}^\circ\text{K}} * ((273,15 + 90) - (273,15 + 15))^\circ\text{K} + 0,1582 \text{ Kg} * 2,513 \frac{\text{Kj}}{\text{Kg}^\circ\text{K}} * ((273,15 + 90) - (273,15 + 15))^\circ\text{K}$$

$$Q_2 = 3,642 \text{ Kj} + 29,817 \text{ Kj}$$

$$Q_2 = 33,459 \text{ Kj}$$

El calor necesario para el proceso de maceración  $Q_2 = 33,459 \text{ Kj}$ .

– **Balance en el rota-evaporador**



Considerando que el etanol al 35% del extracto se calienta de  $15^\circ\text{C}$  a  $60^\circ\text{C}$ , calor sensible:

Balance en el sistema de evaporación-condensación

La bomba de vacío reduce la presión del sistema en  $74 \text{ kPa}$ , por lo que la presión del sistema es de:

$$P_{\text{atm}} \text{ tarija} = 101,3 \text{ KPa}$$

$$P_{\text{sist}} = P_{\text{atm}} - P_{\text{red}} \quad \text{Ec. 3.17}$$

$$P_{\text{sist}} = 101,3 - 74$$

$$P_{\text{sist}} = 27 \text{ KPa}$$

Balance en Baño María y Balón de Mezcla giratorio

$$Q_{\text{entregado}} = Q_{\text{ganado}}$$

$$Q_{\text{entregado}} = m_{\text{agua baño}} * C_{p\text{agua}} * \Delta T$$

$$\begin{aligned} Q_{\text{entregado}} &= 4,0 \text{ Kg} * 4,187 \frac{\text{Kj}}{\text{Kg}^\circ\text{K}} * ((273,15 + 60) - (273,15 + 15))^\circ\text{K} \\ &= 753,66 \text{ Kj} \end{aligned}$$

$$Q_{\text{ganado}} = m_{\text{etanol}} * C_{p\text{etanol}} * \Delta T + m_{\text{colorante}} * C_{p\text{colorante}} * \Delta T$$

Despejando  $C_p$  del colorante:

C18 = 59,325 gr de colorante natural

$$Cp_{colorante} = \frac{Q_{ganado} - m_{etanol} * Cp_{etanol} * \Delta T}{m_{colorante} * \Delta T}$$

$Cp_{colorante}$

$$= \frac{669,92 \text{ Kj} - 0,096502 \text{ Kg} * 2,513 \frac{\text{Kj}}{\text{Kg}^\circ\text{K}} * ((273,15 + 60) - (273,15 + 15))^\circ\text{K}}{0,059325 \text{ Kg} * ((273,15 + 60) - (273,15 + 15))^\circ\text{K}}$$

$$Cp_{colorante} = 246,854 \frac{\text{Kj}}{\text{Kg}^\circ\text{K}}$$

A esta presión la entalpia de vaporización del etanol al 35% es:

$$\Delta h_{vap \text{ etanol}} = 841 \text{ Kj/Kg}$$

Considerando que el etanol del extracto se calienta de 15 °C a 60 °C, calor sensible, y luego se evapora:

$$Q3 = Q_{Sensible} + Q_{vaporización} \quad \text{Ec. 3.17}$$

$$Q_{Sensible} = C16 * Cp_{etanol}(t_f - t_i)$$

Donde  $t_i$  es la temperatura al ambiente y  $t_f$  la temperatura del baño.

$$Q_{Sensible} = 0,155827 \text{ Kg} * 2,513 \frac{\text{Kj}}{\text{Kg}^\circ\text{K}} ((273,15 + 60) - (273,15 + 15))^\circ\text{K}$$

$$Q_{Sensible} = 17,622 \text{ Kj}$$

$$Q_{vap.etanol} = C16 * \Delta h_{vap.etanol} \quad \text{Ec. 3.27}$$

$$Q_{vap.etanol} = 0,155827 \text{ Kg} * 841 \frac{\text{Kj}}{\text{Kg}}$$

$$Q_{vap.etanol} = 131,05 \text{ Kj}$$

$$Q3 = 17,622 \text{ Kj} + 131,05 \text{ Kj}$$

$$Q3 = 148,672 \text{ Kj}$$

Balance en el Condensador

Cálculo la cantidad de agua necesaria para condensar el etanol al 35%:

$$Q_4 = Q_5$$

$$Q_{cedido} = Q_{ganado}$$

$$\begin{aligned} C17 * \Delta h_{vap \text{ etanol}} + C17 * C_{p \text{ etanol}}(t_{cond.} - t_{vap}) \\ = m_{\text{agua de cond}} C_{p \text{ agua}} * (t_e - t_s) \quad \text{Ec. 3.31} \end{aligned}$$

Despejando la masa de agua de condensación:

$$m_{\text{agua de cond}} = \frac{C17 * \Delta h_{vap \text{ etanol}} + C17 * C_{p \text{ etanol}}(t_{cond.} - t_{vap})}{C_{p \text{ agua}} * (t_f - t_i)} \quad \text{Ec. 3.32}$$

$m_{\text{agua de cond}}$

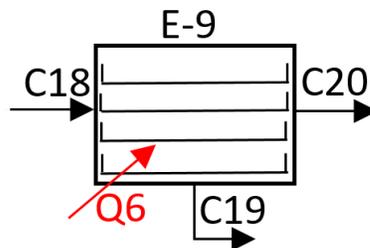
$$= \frac{0,096502 \text{ Kg} * 841 \frac{\text{Kj}}{\text{Kg}} + 0,096502 \text{ Kg} * 2,513 \frac{\text{Kj}}{\text{Kg}^\circ\text{K}} ((273,15 + 25) - (273,15 + 60))^\circ\text{K}}{4,184 \frac{\text{Kj}}{\text{Kg}^\circ\text{K}} ((273,15 + 20) - (273,15 + 15))^\circ\text{K}}$$

$$m_{\text{agua de cond}} = 3,474 \text{ Kg}$$

$$Q_4 = 3,474 \text{ Kg} * 4,184 \frac{\text{Kj}}{\text{Kg}^\circ\text{K}} ((273,15 + 20) - (273,15 + 15))^\circ\text{K}$$

$$Q_4 = 72,676 \text{ Kj} = Q_5$$

– Balance de energía en el secadero de extracto de colorante



Balance energético:

$$Q_6 = Q_{\text{sensible}} + Q_{\text{vaporización}}$$

$$Q_{\text{sensible}} = C18 * \Delta h_{\text{extracto líquido}}$$

$$\Delta h_{\text{extracto líquido}} = C_{p_{\text{colorante}}}(t_s - t_i) + X_{18} C_{p_{\text{agua}}}(t_s - t_i)$$

$$\begin{aligned} & \Delta h_{\text{extracto líquido}} \\ &= 246,854 \frac{\text{KJ}}{\text{Kg}^\circ\text{K}} ((273,15 + 40) - (273,15 + 15))^\circ\text{K} + 1 \\ & * 4,184 \frac{\text{KJ}}{\text{Kg}^\circ\text{K}} ((273,15 + 40) - (273,15 + 15))^\circ\text{K} \end{aligned}$$

$$\Delta h_{\text{sólido}} = 6.171,35 + 104,6$$

$$\Delta h_{\text{sólido}} = 6.275,95 \frac{\text{KJ}}{\text{Kg}}$$

$$Q_{\text{sensible}} = 0,059325 \text{ Kg} * 6.275,95 \frac{\text{KJ}}{\text{Kg}}$$

$$Q_{\text{sensible}} = 372,321 \text{ KJ}$$

$$Q_{\text{vaporización}} = C_{20} * (X_{18} - X_{20}) \Delta h_{\text{vap}} \quad \text{Ec. 3.36}$$

$$C_{20} = \text{masa de colorante} = 3,78 \text{ g} = 0,00378 \text{ Kg}$$

$$\Delta H_{\text{vap. agua}} = 2.317,7 \text{ KJ/Kg}$$

$$Q_{\text{vaporización}} = 0,00378 \text{ Kg} (1 - 0,0125) * 2.317,7 \text{ KJ/Kg}$$

$$Q_{\text{vaporización}} = 8,65 \text{ KJ}$$

Entonces el calor necesario es:

$$Q_6 = 372,321 \text{ KJ} + 8,65 \text{ KJ}$$

$$Q_6 = 380,971 \text{ KJ}$$

**Tabla III-11 Resumen del Balance de Energía**

	<b>Etapas de Proceso para la Obtención del Colorante Natural</b>	<b>Flujos, Kj</b>
	<b>E-3 Secado de la semilla</b>	
<b>Q sensible</b>	Calor necesario para aumentar la temperatura de la masa de semilla a la temperatura de secado.	2,716
<b>Q vaporización</b>	Calor latente para el cambio de fase	29,226
<b>Q 1</b>	Calor necesario en el proceso de secado	32,942
	<b>E-6 Equipo de Maceración</b>	
<b>Q 2</b>	Calor de maceración	33,459
	<b>E-8 Destilación o Evaporación</b>	
<b>Q3</b>	Calor necesario para evaporar el solvente	148,672
<b>Q4</b>	Calor necesario para condensar el solvente	72,676
<b>Q5</b>	Calor necesario para condensar el solvente	72,676
	<b>E-9 Secado</b>	
<b>Q sensible</b>	Calor necesario para aumentar la temperatura de la masa del concentrado colorante a la temperatura de secado.	372,321
<b>Q vaporización</b>	Calor latente para el cambio de fase	8,650
<b>Q 6</b>	Calor necesario para el secado	380,971

Fuente: Elaboración propia

**CAPÍTULO IV**  
**RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

## 4.1 Resultados y Discusión

### 4.1.1 Análisis de la materia prima

Los análisis físico-químicos se realizaron en los Laboratorios del Centro de Análisis, Investigación y Desarrollo (CEANID) dependientes de la Universidad Autónoma Juan Misael Saracho.

En este laboratorio se realizaron los análisis de la materia prima; semilla seca triturada de la palta. (ANEXO I)

- Determinación Ceniza
- Determinación de Fibra
- Determinación de Grasa
- Determinación Hidratos de Carbono
- Determinación de Humedad
- Determinación de Proteína total
- Determinación de Valor Energético

### 4.1.2 Resultados de los análisis de la materia prima

Los resultados del análisis físico-químico que se realizó a la materia prima (semilla de palta) se muestran en la tabla IV-1 siguiente:

**Tabla IV-1 Análisis físico-químico de la semilla de palta**

Parámetros	Valor	Unidad
Ceniza	3,28	%
Fibra	1,45	%
Grasa	1,70	%
Hidratos de Carbono	84,56	%
Humedad	3,54	%
Proteína Total (Nx6.25)	5,47	%
Valor Energético	375,42	Kcal/100 g.

Fuente: Centro de Análisis, Investigación y Desarrollo. CEANID

Los resultados muestran en forma porcentual y el valor energético en Kcal/100 g.

#### 4.1.3 Resultados del proceso de extracción

Para la determinación se ha extraído el colorante en una sola etapa. Se realizó entre 90min y 120 min, 70°C y 90 °C, relación de materia prima y solvente de 1:10 (20 g: 200 ml) y 1:06 (20 g: 120 ml).

##### 4.1.3.1 Datos experimentales del proceso de extracción

**Tabla IV-2 Rendimiento de extracción de colorante en el 1er análisis**

* Exp.	Masa de semilla de palta (g)	ml de solvente	Relación solventes: materia g/ml	Tiempo extracción (min)	Temperatura °C	Masa total de extracción (g)	% extracción
Y1	20,002	120	1:06	90	70	1,20	6,00
Y2	20,002	120	1:06	90	90	1,98	9,90
Y3	20,010	120	1:06	120	70	2,19	10,94
Y4	20,001	120	1:06	120	90	2,53	12,65
Y5	20,009	200	1:10	90	70	2,03	10,15
Y6	20,002	200	1:10	90	90	2,10	10,50
Y7	20,008	200	1:10	120	70	2,71	13,54
Y8	20,001	200	1:10	120	90	3,78	18,90

Fuente: Elaboración propia

En la primera tabla de resultados en rendimiento de extracción, se tiene la prueba número 8 con mayor porcentaje de extracción. \*Exp. = Experimento

Tabla IV-3 Rendimiento de extracción de colorante en el 2do análisis

* Exp.	Masa de semilla de palta (g)	ml de solvente	Relación solventes: materia g/ml	Tiempo extracción (min)	Tempera tura °C	Masa total de extracción (g)	% Extracción
Y1	20,015	120	6	90	70	1,78	8,89
Y2	20,019	120	6	90	90	1,85	9,24
Y3	20,015	120	6	120	70	2,45	12,24
Y4	20,031	120	6	120	90	2,51	12,53
Y5	20,001	200	10	90	70	1,95	9,75
Y6	20,030	200	10	90	90	1,99	9,94
Y7	20,020	200	10	120	70	3,01	15,03
Y8	20,050	200	10	120	90	2,61	13,02

Fuente: Elaboración propia

Posterior al segundo experimento se tuvo en la prueba número 7 con mayor porcentaje de extracción; seguidamente en la prueba numera 8, son muy próximas y significativas. \*Exp. = Experimento.

**Tabla IV-4 Rendimiento de extracción de colorante en el 3er análisis**

<b>* Exp.</b>	<b>Masa de semilla de palta (g)</b>	<b>ml de solvente</b>	<b>Relación solventes: materia g/ml</b>	<b>Tiempo extracción (min)</b>	<b>Temperatura °C</b>	<b>Masa total de extracción (g)</b>	<b>% Extracción</b>
Y1	20,010	120	6	90	70	1,81	9,05
Y2	20,002	120	6	90	90	1,78	8,90
Y3	20,010	120	6	120	70	2,56	12,79
Y4	20,003	120	6	120	90	2,59	12,95
Y5	20,050	200	10	90	70	2,01	10,02
Y6	20,035	200	10	90	90	2,05	10,23
Y7	20,029	200	10	120	70	2,71	13,53
Y8	20,051	200	10	120	90	2,88	14,36

Fuente: Elaboración propia

En esta oportunidad se tuvo repetitivamente la prueba número 8 como el de mayor porcentaje de extracción. \*Exp. = Experimento

**Tabla IV-5 Promedio de rendimiento de extracción del colorante**

<b>*Exp.</b>	<b>R1 %</b>	<b>R2 %</b>	<b>R3 %</b>	<b>Promedio R %</b>
Y1	6,00	8,89	9,05	7,98
Y2	9,90	9,24	8,90	9,35
Y3	10,94	12,24	12,79	11,99
Y4	12,65	12,53	12,95	12,71
Y5	10,15	9,75	10,02	9,97
Y6	10,50	9,94	10,23	10,22
Y7	13,54	15,03	13,53	14,04
Y8	18,90	13,02	14,36	15,43

Fuente: Elaboración propia

El análisis con mayor rendimiento promedio de extracción se tiene en la prueba número 8, con 15,43 % de rendimiento, con relación a la materia prima de 20 gramos utilizados en la maceración. \*Exp. = Experimento

Las curvas de rendimiento en cada una de las etapas se expresan en el ANEXO 4.

#### **4.1.4 Resultado de las pruebas espectrofotométricas**

Se determinó las absorbancias de cada una de las soluciones preparadas, con 530 nm de longitud de onda.

**Tabla IV-6 Registro de absorbancias de los experimentos**

Tratamientos	Absorbancia			Promedio
	R1	R2	R3	
Y1	0,40	0,31	0,33	0,35
Y2	0,39	0,33	0,31	0,34
Y3	0,40	0,38	0,35	0,38
Y4	0,30	0,28	0,27	0,28
Y5	0,28	0,22	0,23	0,24
Y6	0,37	0,36	0,37	0,37
Y7	0,50	0,43	0,40	0,44
Y8	0,70	0,50	0,75	0,65

Fuente: Elaboración propia

La mayor absorbancia encontrada es el experimento número 8.

Despejando de la ley de Beer la concentración se tiene:

$$c = \frac{A}{\varepsilon * l} \quad \text{Ec. 4.1166.}$$

Reemplazando los datos conocidos:

$$C = \frac{0,4_{530}}{166,0155 \text{ L/mol} * \text{cm} * 1 \text{ cm}} = 0,0024 \frac{\text{mol}}{\text{L}}$$

Se tiene la concentración del colorante natural en el primer experimento, así sucesivamente con todos los experimentos.

**Tabla IV-7 Registro de concentraciones de los experimentos**

Tratamientos	Concentración mol/L			Promedio mol/L	Promedio mol/ml
	R1	R2	R3		
Y1	0,0024	0,0019	0,0020	0,0021	2,09
Y2	0,0023	0,0020	0,0019	0,0021	2,07
Y3	0,0024	0,0023	0,0021	0,0023	2,27
Y4	0,0018	0,0017	0,0016	0,0017	1,71
Y5	0,0017	0,0013	0,0014	0,0015	1,47
Y6	0,0022	0,0022	0,0022	0,0022	2,21
Y7	0,0030	0,0026	0,0024	0,0027	2,67
Y8	0,0042	0,0030	0,0045	0,0039	3,92

Fuente: Elaboración propia

Se tuvo una mayor concentración de flavonoide en el experimento número. 8, con 3,92 mol/ml. (Ver Anexo 4).

#### **4.1.5 Resultado de análisis cualitativo al producto colorante natural**

##### **- Prueba de Shinoda con Zn/HCl:**

Los resultados obtenidos con esta prueba son de color rojizo oscuro, la cual demuestra la presencia de flavonoides.

**Figura 4-1 Resultado de la prueba Shinoda con Zn/HCl**



Fuente: UAJMS-LOU-LABORATORIO DE OPERACIONES UNITARIAS

– Prueba con Hidróxido de sodio al 5 %:

**Figura 4-2 Resultado de la prueba con Hidróxido de sodio al 5 %**



Fuente: UAJMS-LOU-LABORATORIO DE OPERACIONES UNITARIAS

Se tiene un color amarillo donde se identifica el grupo de Flavonas y Flavonoles, pertenecientes a flavonoides, dando satisfactorias las pruebas.

#### **4.1.6 Resultado de las pruebas de tinción**

En el resultado de tinción se tuvo una apropiada coloración con el mordiente de

sulfato ferroso y sulfato de cobre penta hidratado, al contrario, con el sulfato de sodio. Con los dos primeros mordientes se tiene una coloración anaranjada de tono leve a diferentes concentraciones, mientras que con el sulfato de sodio dio un tono más oscuro como muestra en el Anexo 5.

## **CAPÍTULO V**

### **CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES**

## 5.1 Conclusiones

De acuerdo a los resultados obtenidos en el presente trabajo de investigación, se lograron determinar las variables de mayor incidencia en las diferentes etapas del proceso para la extracción de colorante natural de la semilla de palta.

- La semilla utilizada para el proceso de extracción es de la variedad Hass producida en el municipio de Yacuiba del departamento de Tarija, siendo estas de color verde oscuro intenso, tamaño mediano y madura. Los parámetros fisicoquímicos analizados por el laboratorio del CEANID fueron: Ceniza 3,28%, Fibra 1,45%, Grasa 1,70%, Hidratos de carbono 84,56%, Humedad 3,54%, Proteína total 5,47%, Valor Energético 375,42 Kcal/100 g.
- Las variables estudiadas fueron; temperatura, relación soluto: solvente y tiempo. Siendo las variables determinantes; temperatura y la relación masa: solvente.
- Las condiciones óptimas de extracción son; relación soluto: solvente (Etanol al 35%) 1:10, temperatura 90°C y 120 minutos, correspondiente a los niveles máximos de cada variable. Se tiene mayores rendimientos como: en el primer análisis, experimento número 8, de 18,9 % siendo 3,78 g. de colorante extraído; el mayor rendimiento en el segundo análisis es el experimento 7, de 15,03 % siendo 3,01 g de colorante y finalmente en el tercer análisis se tiene un rendimiento del 14,36 % siendo 2,88 g de colorante de mayor rendimiento.
- El promedio del rendimiento de extracción del colorante natural de la semilla de palta, es de 15,43 %, siendo los experimentos número 8 dentro de los análisis que poseen las condiciones óptimas de extracción, frente a todas las variables expuestas en el diseño de experimento.
- El colorante obtenido tiene un color rojizo característico de flavonoides, con un característico aroma a vegetal. El resultado en polvo fino de colorante.
- Al utilizar una concentración del 2 % tanto para  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  y  $\text{FeSO}_4$ , se da un buen resultado en la fijación del color en las fibras, utilizando la misma cantidad de volumen en las pruebas.

## 5.2 Recomendaciones

- El resto no utilizado del proceso de extracción del colorante natural, como la pulpa; pueden ser utilizados para realizar puré concentrado, aceite, deshidratado, mermelada y otros; con la cáscara de la palta existe la tendencia de realizar abono orgánico para la misma agroindustria.
- Realizar estudios de investigación sobre las propiedades fisicoquímicas del colorante natural de la semilla de palta, para identificar los beneficios que puede otorgar a la piel si esta es utilizada en la elaboración de cosméticos.
- Para futuros estudios sobre este colorante natural de la semilla de palta, se debe evaluar la degradación del colorante natural respecto al tiempo, con el objetivo de poder aumentar el tiempo de vida para cualquier aplicabilidad.
- Tomar en cuenta el parámetro de mayor influencia en el proceso de extracción según el tamaño de partícula, para que el análisis granulométrico optimice el proceso de transferencia de masa.
- El colorante natural (flavonoides) al ser liposoluble tiene ventaja de formar parte de productos como los jugos y aceites para enriquecer y dar valores agregados a dichos productos. Así también estudiar la calidad y uso apropiado en los alimentos y la velocidad de agotamiento con el tiempo.
- Para futuros estudios, dar reutilización al etanol recuperado en el proceso de destilación y con el agua que fue utilizada para su condensación en el equipo rota evaporador.
- En la utilización del mordiente sulfato de sodio se debe tener en cuenta las concentraciones trabajadas, para mejorar la tonalidad.
- Utilizar este mismo ensayo para evaluar otras variedades de palta presentes en el departamento de Tarija, que pueden ser interesantes para el mismo objetivo.